

THESES

présentées à la

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

pour obtenir le titre de

DOCTEUR - INGÉNIEUR

par

M. FREMIOT

Ingénieur Civil des Mines

PREMIÈRE THÈSE

**Etude par topographie aux rayons X de la microdéformation
plastique des monocristaux d'aluminium.**

DEUXIÈME THÈSE

PROPOSITION DONNÉE PAR LA FACULTÉ

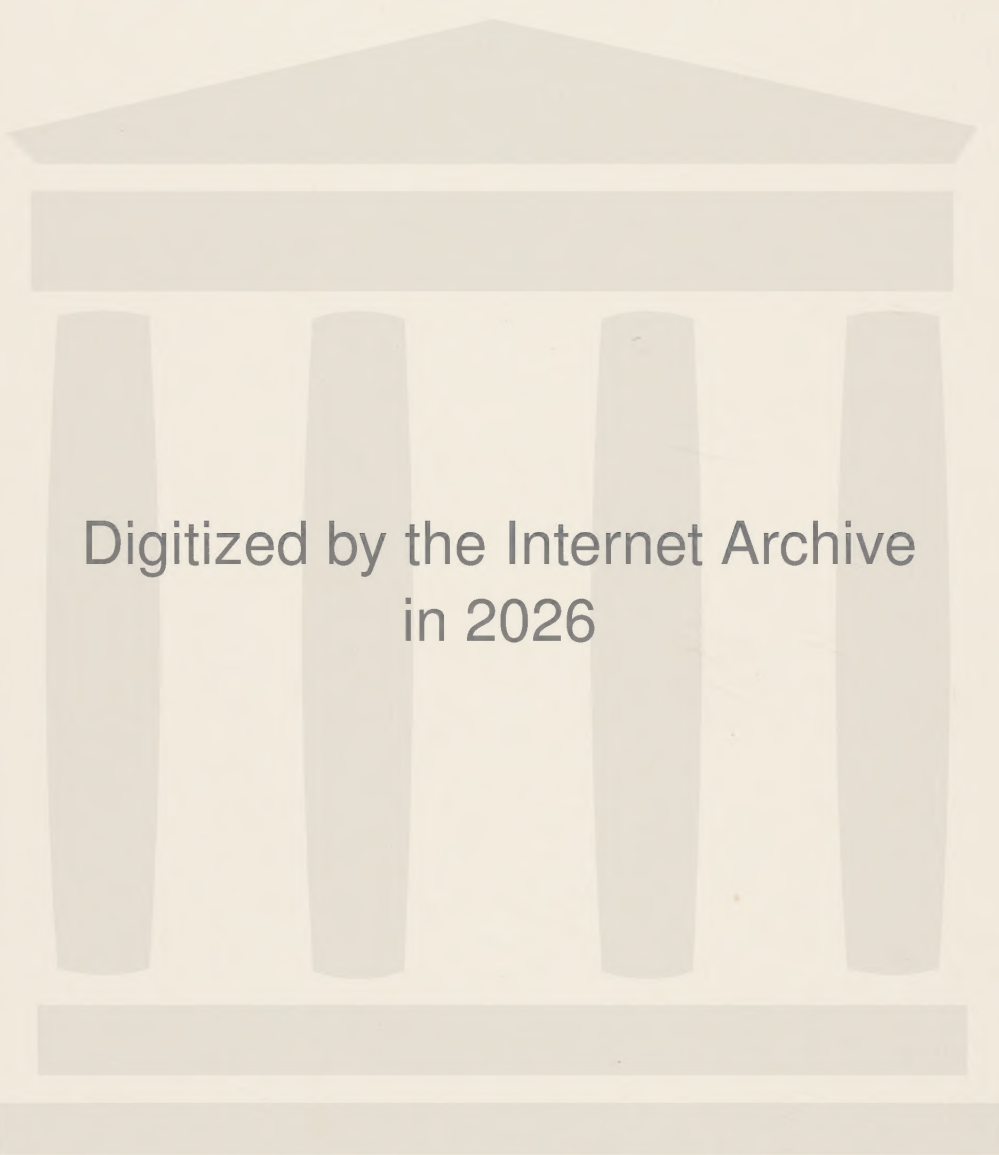
Soutenues le

1969, devant la commission d'examen

Membres du Jury

Président : M. DAVOINE

Examineurs : MM. CABANE
CHAMPIER
DEVIOT



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41551919_0023

UDART & CLÉMENT
RELIEURS

11, Rue Sainte-Anne, 11
Tél. 52.80.09 - NANCY

THESES

présentées à la

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

pour obtenir le titre de

DOCTEUR - INGÉNIEUR

par

M. FREMIOT

Ingénieur Civil des Mines

PREMIÈRE THÈSE

**Etude par topographie aux rayons X de la microdéformation
plastique des monocristaux d'aluminium.**

DEUXIÈME THÈSE

PROPOSITION DONNÉE PAR LA FACULTÉ

Soutenues le

1969, devant la commission d'examen

Membres du Jury

Président : **M. DAVOINE**

Examineurs : **MM. CABANE
CHAMPIER
DEVIOT**

THÈSE

présentée à la

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

pour obtenir le titre de

DOCTEUR - INGÉNIEUR

par

M. FREMONT

Ingénieur Civil des Mines

PREMIÈRE THÈSE

Étude par topographie aux rayons X de la microdéformation
plastique des monocristaux d'aluminium.

DEUXIÈME THÈSE

PROPOSITION DONNÉE PAR LA FACULTÉ



1959, devant la commission d'examen

Soutenue le

Membres du jury

Président : M. DAVOINE
Examinateurs : MM. CABANE
CHARRIER
DEVIOT

ANNEE SCOLAIRE 1968/69

DOYEN : M. AUBRYASSESEUR : M. GAYDoyens honoraires : MM. CORNUBERT - ROUBAULTProfesseurs honoraires : MM. RAYBAUD - LAFFITTE - LERAY - JOLY - LAPORTE
EICHBORN - CAPELLE - GODEMENT - DUBREIL - L. SCHWARTZ - DIEUDONNE -
DE MALLEMAN - LONGCHAMBON - LETORT - DODE - GAUTHIER - COUDET - OLMER
CORNUBERT - CHAPELLE - GUERIN - WAHLMaîtres de Conférences honoraires : MM. LIENHART - PIERRET - M^{lle} MATHEU.Professeurs

MM. ROUBAULT	Géologie	GAYET	Physiologie
VEILLET	Biologie Animale	HADNI	Physique
BARRIOL	Chimie Théorique	* BASTICK	Chimie
BIZETTE	Physique	DUCHAUFOR	Pédologie
GUILLIEN	Electronique	GARNIER	Agronomie
LEGRAS	Mécanique Rationnelle	NEEL	Chimie Organique Industrielle
BOLFA	Minéralogie	BERNARD	Géologie Appliquée
NICLAUSE	Chimie	* CHAMPIER	Physique
FAIVRE	Physique Appliquée	* GAY	Chimie Biologique
AUBRY	Chimie Minérale	STEPHAN	Zoologie
COPPENS	Chimie	* WERNER	Botanique
FRUHLING	Physique	EYMARD	Calcul différentiel & intégral
HILLY	Géologie	LEVISALLES	Chimie Organique
LE GOFF	Génie Chimique	FELDEN	Physique
SUHNER	Physique Expérimentale	* GOSSE	Mécanique Physique
CHAPON	Chimie Biologique	* DAVOINE	Physique (ENSMIM)
HEROLD	Chimie Minérale Industrielle	HORN	Physique (1 ^o Cycle)
SCHWARTZ B.	Exploitation Minière	* ROCCI	Géologie
MALAPRADE	Chimie	* M ^{me} LUMER	Mathématiques
* MANGENOT	Botanique	* CONDE	Zoologie
DUVAL	Chimie		
	N...		Chimie Biologique
	N...		Mécanique Appliquée
	N...		Chimie Physique
	N...		Analyse Supérieure
	N...		Méthodes Mathématiques de la Physique
	N...		Mécanique Rationnelle

(*) Professeur titulaire à titre personnel

MAITRES DE CONFERE CES

Mme BASTICK	Chimie P.C. EPINAL
MM. GUDEFIN	Physique
VUILLAUME	Psychophysiologie
FRENTZ	Biologie Animale
MARI	Chimie (ISIN)
AUROUZE	Géologie
DEVIOT	Physique du Solide
FLECHON	Physique P.C.
Mlle HUET	Mathématiques C.B.G.
VIGNES	Métallurgie
BALESDENT	Thermodynamique, Chimie appliquée (ENSIC)
BLAZY	Minéralogie Appliquée (ENSG)
JANOT	Physique P.C. EPINAL
JACQUIN	Pédologie et chimie agricoles
MAINARD	Physique M.P.
CACHAN	Entomologie appliquée (ENSA)
MARTIN	Chimie P.C.
PAULMIER	Mécanique Expérimentale
PROTAS	Minéralogie
JOSEFOWICZ	Physico-chimie
JURAIN	Géologie C.B.G.
RIVAIL	Chimie appliquée (CUCES)
VILLERMAUX	Génie Chimique
METCHE	Biochimie appliquée (brasserie)
PAIR	Mathématiques appliquées
BAUMANN	Physique 1 ^o Cycle
DURAND	Physique
GRANGE	Physique (ISIN)
DEPAIX	Probabilités et statistiques
BAVEREZ	Chimie (ENSIC)

N...	Mécanique des fluides (ISIN)
N...	Mécanique (ISIN)
N...	Mathématiques
N...	Mathématiques P.C.
N...	Mathématiques C.B.G.
N...	Physiologie animale
N...	Mathématiques M.P.
N...	Exploitation minière (ENSMIM)

Je tiens à adresser des remerciements particuliers à Monsieur le Professeur CHAMPIER pour l'aide constante qu'il m'a fournie et les enseignements que j'ai tirés de mon passage dans son Laboratoire.

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur G. CABANE et Monsieur B. DEVIOT qui ont bien voulu participer à ce Jury.

—○—

TABLE DES MATIERES

1 - INTRODUCTION	1
2 - PREPARATION ET OBSERVATION DES MONOCRISTAUX	
2.1 - Techniques de préparation.	5
2.1.1 - Le métal.	5
2.1.2 - Technique de préparation des monocristaux.	7
2.1.3 - Observation macroscopique des monocristaux.	8
2.2 - Observation par topographie aux rayons X.	10
2.2.1 - Technique de Lang.	10
2.2.2 - Application à l'étude des dislocations.	12
2.3 - Résultats.	14
2.3.1 - Densités de dislocations.	14
2.3.2 - Contraste des images de dislocations.	15
2.3.3 - Configurations de dislocations du cristal P ₅	16
2.3.4 - Configurations de dislocations du cristal C ₃	17
2.3.5 - Configurations de dislocations du cristal G ₃	19
2.3.6 - Configurations de dislocations des cristaux 2G7 α et 2G17 β	21
2.3.7 - Configurations de dislocations des cristaux recuits sous vide.....	21
3 - ETUDE DE LA MICRODEFORMATION PLASTIQUE DES MONOCRISTAUX D'ALUMINIUM	
3.1 - Dispositif expérimental.	22
3.1.1 - Dispositif à fixation rigide du monocristal.	22
3.1.2 - Dispositif à fixation libre du monocristal.	23
3.2 - Traction du monocristal G ₃ .	23
3.3 - Traction d'un monocristal ayant subi un polissage chimique 2G7 α .	25
3.3.1 - Caractéristiques du monocristal et de l'essai de traction.....	25
3.3.2 - Evolution générale des configurations de dis- locations à la suite des essais de traction...	26

3.3.3 - Evolution des dislocations originelles.	27
3.3.4 - Dislocations fraîches du système primaire.	27
3.3.5 - Dislocations fraîches du système conjugué.	29
3.3.6 - Interaction entre dislocations.	30
3.4 - Traction du monocristal 2G17 β .	30
3.4.1 - Caractéristiques du monocristal et de l'essai de traction.....	30
3.4.2 - Traction du monocristal traité par attaque chimique.....	31
3.4.3 - Effets du polissage électrolytique.	32
3.4.4 - Traction du monocristal poli par électrolyse.	33
4 - DISCUSSION DES RESULTATS OBTENUS.	34
4.1 - Densités et configurations des dislocations originelles des monocristaux de recristallisation.	35
4.2 - Contribution des dislocations originelles à la déformation plastique.....	37
4.2.1 - Dislocations immobiles.	37
4.2.2 - Dislocations mobiles.	38
4.3 - Contribution des dislocations fraîches accidentelles à la déformation plastique.	39
4.3.1 - Introduction de dislocations fraîches accidentelles aux points de collage des monocristaux.....	39
4.3.2 - Développement des dislocations accidentelles par traction.....	39
4.3.3 - Effets du polissage électrolytique sur les dislocations accidentelles.....	40
4.4 - Contribution à la déformation des dislocations fraîches apparues au cours de la traction.....	41
4.4.1 - Systèmes de glissement activés.	41
4.4.2 - Localisation des sources de dislocations.	42
4.4.3 - Origine des sources de dislocations.	43
4.4.4 - Forme des dislocations fraîches au cours de leur développement.....	44
4.5 - Valeur des contraintes critiques.	46

CONCLUSION.

INTRODUCTION

-:-:-:-:-:-:-:-:-:-:-:-

L'objectif de ce travail est une étude de la microdéformation plastique dans des monocristaux d'aluminium pur. Plus précisément, nous avons tenté d'analyser le rôle des dislocations originelles dans les stades initiaux et les mécanismes de multiplication des dislocations fraîches.

L'étude des premiers stades de la déformation des monocristaux de cuivre a fait l'objet de nombreuses publications. Young (1961 a) a établi la relation entre les figures d'attaque chimique des monocristaux de cuivre et les émergences des dislocations. Young (1961 b), Livingstone (1962), Young (1962), Petroff et Washburn (1966) ont appliqué la technique des figures d'attaque à l'étude du déplacement et de la multiplication des dislocations dans le cuivre. La technique de topographie Borrmann a permis une étude plus détaillée des dislocations originelles (Young, Sherrill, Wittels, 1965). Après compression d'échantillons monocristallins massifs, des lamelles découpées dans ces éprouvettes ont été analysées en topographie Borrmann (Young, Balwin, Merlini, Sherrill, 1966 - Merlini, Young, 1967 - Young, Sherrill, 1967 a - Young, Sherrill, 1967 b). Ces expériences montrent que les dislocations originelles sont peu mobiles dans le cuivre ; la multiplication des dislocations intervient par un mécanisme non élucidé dès une cisssion résolue de 7g/mm^2 . Des topogrammes posés après relaxation des contraintes, ou blocage des dislocations par irradiation aux neutrons, montrent l'importance des phénomènes de relaxation des dislocations dans le cuivre.

La méthode de topographie aux rayons X nous a paru adaptée à une étude des mécanismes de dislocations dans les monocris-

taux d'aluminium. Elle autorise, pour un métal peu absorbant aux rayons X, l'observation d'échantillons massifs dont l'épaisseur peut dépasser 1mm ; son utilisation n'altère pas les propriétés des monocristaux métalliques. L'analyse des topogrammes permet d'atteindre la distribution des dislocations en volume, leurs directions et leurs vecteurs de Burgers. Cependant le pouvoir de résolution limité à 10μ m environ rend illusoire l'étude individuelle des dislocations lorsque leur densité dépasse 10^4 cm/cm³ pour un monocristal épais de 1mm. Cette limitation rend nécessaire la préparation de monocristaux de grande perfection. D'autre part, les temps de pose élevés nécessaires pour l'obtention des topogrammes limitent l'application de la méthode aux phénomènes à évolution lente ou à des études statiques après application de divers traitements.

Lang et Meyrick (1959) ont, les premiers, observé par topographie aux rayons X les dislocations dans des sous-grains de monocristaux d'aluminium de recristallisation. Basu et Elbaum (1964) ont observé par la même technique des échantillons obtenus par recristallisation de monocristaux. Authier, Rogers, Lang (1965) se sont attachés à l'étude détaillée des configurations de dislocations des monocristaux d'aluminium de recristallisation. Nøst (1965) a mis au point une technique de recristallisation qui permet d'obtenir des monocristaux particulièrement pauvres en défauts. Nøst et ses coauteurs (1966 a et b - 1967 a , b et c) ont étudié l'origine des dislocations observées dans les monocristaux de recristallisation, d'une part en faisant varier les paramètres de la préparation, d'autre part en effectuant des études topographiques entre la température ambiante et 400° C.

Les techniques de préparation des monocristaux à partir de l'état liquide dérivent soit de la méthode de Bridgmann, soit de la méthode de Czochralski. Meyrick (1959) par une technique dérivée de la méthode de Bridgmann, Howe et Elbaum (1961) par

une méthode de tirage ont montré la possibilité de préparer à partir du liquide des monocristaux d'aluminium de bonne perfection. Cependant l'observation par topographie aux rayons X impose la mise en forme des monocristaux obtenus par ces techniques. L'usinage chimique des monocristaux évite l'introduction de dislocations fraîches par le découpage, cependant la multiplicité des opérations nécessaires rend probable la déformation accidentelle. Young (1962) a remédié à cette difficulté en durcissant par irradiation aux neutrons ses monocristaux de cuivre avant leur découpage et leur polissage chimique. Un recuit ultérieur rend au métal ses propriétés originelles. La méthode de recristallisation permet de préparer simplement des lamelles monocristallines d'aluminium. Nøst (1965) a montré qu'elle pouvait conduire à des monocristaux de densité de dislocations inférieure à 10^3 cm/cm^3 . Nous avons préparé nos monocristaux suivant un processus dérivé de celui qu'il propose et utilisé la méthode de topographie aux rayons X pour contrôler leur perfection ; nous avons ajusté les paramètres du traitement et la pureté du métal pour obtenir des monocristaux de perfection optimale. Les configurations de dislocations de ces monocristaux ont été analysées de façon détaillée par topographie aux rayons X en vue d'étudier leur rôle éventuel dans la déformation plastique.

Nous avons choisi la traction pure pour placer nos éprouvettes sous contraintes ; ce mode de déformation permet d'obtenir un champ de contraintes homogènes à travers l'échantillon. L'essai de traction à vitesse de déformation constante nous a semblé difficile à adapter à l'étude macroscopique des dislocations. En effet, le domaine de déformation plastique exploré recouvre celui de la déformation élastique. La limite élastique macroscopique des monocristaux d'aluminium varie suivant la pureté du métal et l'orientation de 50 à 100 g/mm^2 . La déformation élastique relative à la limite élastique peut donc varier de 0,67 à $1,34 \cdot 10^{-5}$; pour obtenir un allongement relatif donné du monocristal dans le domaine élastique, il faudrait disposer d'un extensomètre de sen-

sibilité inférieure à 10^{-6} . Nous avons donc adopté un essai de traction à charge donnée ou après application d'une charge donnée.

Le chapitre 2 décrit la méthode de préparation de nos monocristaux ; nous y indiquons les résultats obtenus par observation macroscopique des monocristaux ; après une description rapide de la méthode de topographie aux rayons X de Lang, nous analysons en détail les densités et les configurations de dislocations des monocristaux préparés.

Le chapitre 3 comporte la description des dispositifs de traction utilisés, les programmes des essais de traction et les résultats obtenus.

Nous discutons, au chapitre 4, l'origine des dislocations originelles de nos monocristaux de recristallisation et les mécanismes élémentaires qui peuvent expliquer l'évolution des configurations de dislocations au cours de l'essai de traction.

C H A P I T R E 2

PREPARATION ET OBSERVATION DES MONOCRISTAUX

2.1 - TECHNIQUES DE PREPARATION

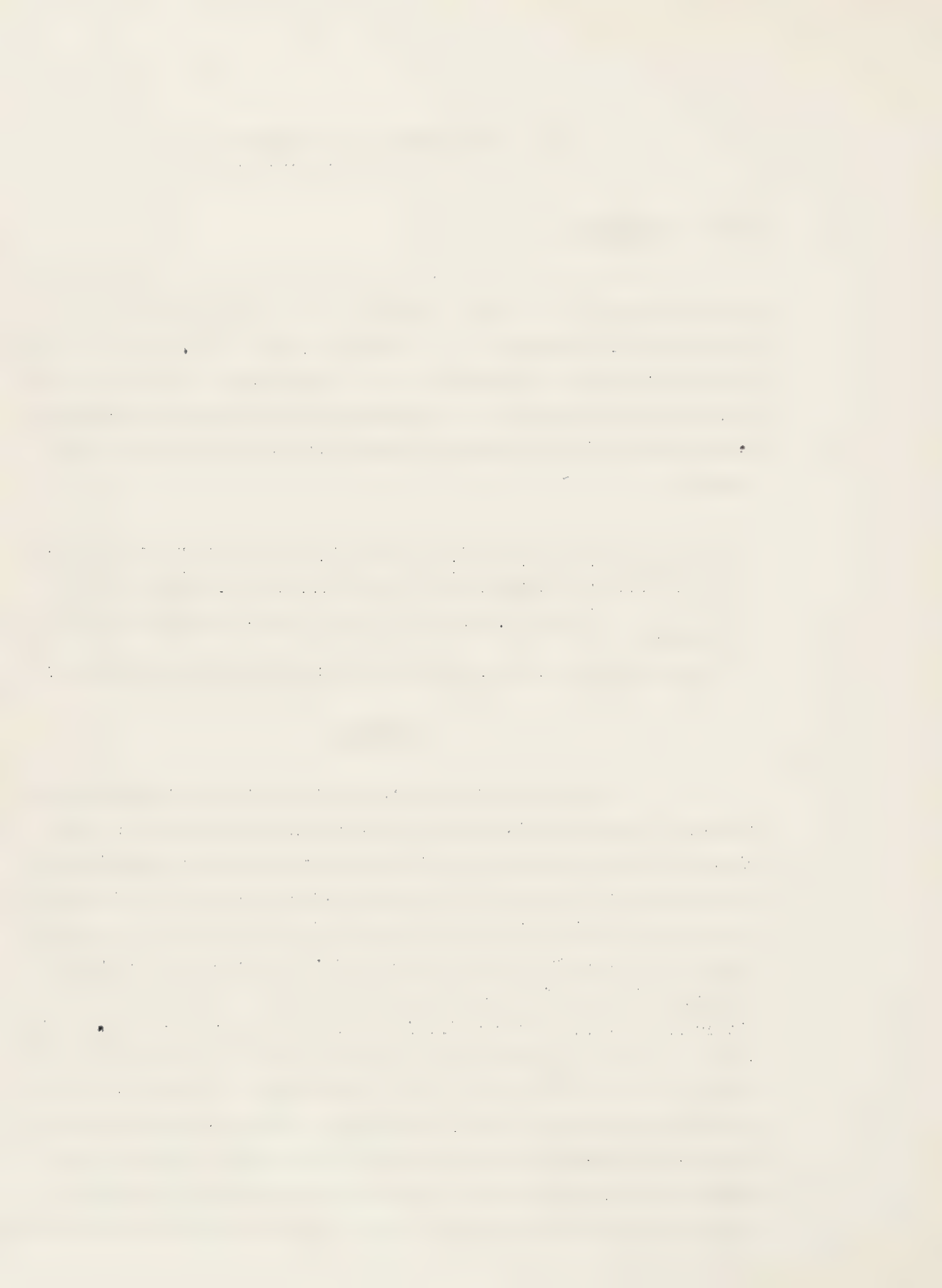
2.1.1 - LE METAL.

Le matériau utilisé est un aluminium fourni par la Société Péchiney. Il titre 99,988 %. Nous indiquons au Tableau I les impuretés principales de ce métal et leur pourcentage en masse d'après l'analyse communiquée par le fournisseur. La pureté étant un facteur essentiel de la perfection des monocristaux préparés, nous avons raffiné le métal d'origine par la méthode de la zone fondue.

Eléments	Fe	Si	Cu	Mn	Zn	Mg	Cr	Ti
% en masse	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,005	0,001	0,001

TABLEAU I

Au cours de la solidification unidirectionnelle d'un barreau, les impuretés dont le coefficient de partage est supérieur à 1 se concentrent en tête alors que celles à coefficient de partage est inférieur à 1 migrent vers la queue du barreau. Le déplacement répété d'une zone étroite de métal fondu le long d'un lingot de longueur grande devant sa section permet le transport des impuretés en tête ou en queue du barreau. En raison de la diversité des impuretés à éliminer et des phénomènes de pollution, seule une étude expérimentale permet de fixer les conditions optimales de la purification. Nous nous sommes appuyés sur les résultats de Montariol (1955, 1959) pour construire notre four et imposer les paramètres du traitement. Montariol, comparant des métaux traités sous vide et sous atmosphère neutre ou oxydante constate que le vide favorise la distillation des solutés volatils



tels que le cadmium, le zinc et le magnésium. Il observe que l'utilisation de creusets de graphite conduit à une pollution du métal en cas de surchauffe. La vitesse optimale de passage de la zone fondue est de 5mm par heure dans le cas où le métal n'est pas agité. L'utilisation du chauffage par induction qui provoque des mouvements dans le bain fondu doit permettre des passages de la zone à des vitesses plus élevées. Etudiant la résistivité des portions les plus pures du lingot en fonction du nombre de passages, Montariol n'observe pas de différences importantes entre 15 et 37 passes. Le remplacement d'une portion de la queue du barreau par du métal d'origine allonge la zone de métal pur à la suite de passages ultérieurs. En traitant en zone fondue le barreau obtenu en combinant les régions médianes de lingots déjà purifiés on élimine une partie des impuretés directes et inverses concentrées en queue et en tête ; la pureté peut alors progresser à la suite de nouveaux passages.

Nous avons adopté le chauffage par induction : il permet l'obtention d'une zone fondue étroite et, par l'agitation du bain, autorise des vitesses de passage élevées. Le tube laboratoire, en vycor, n'est chauffé que de façon indirecte par le creuset. Nous avons utilisé des creusets de graphite enduits d'une couche mince d'un lait d'alumine étalé au pinceau, séché à l'étuve et dégazé à 800° C sous vide secondaire. Les barreaux d'aluminium préparés par coulée à l'air ont une section trapézoïdale de surface égale à 1 cm² et une longueur comprise entre 35 et 40cm. Nous avons effectué la purification sous un vide de 10⁻⁵ mm de mercure ; un piège à azote liquide évite le transfert des vapeurs d'huile vers le métal.

La vitesse de translation des spires d'induction est égale à 38mm/heure. La largeur de la zone fondue varie suivant la position des spires le long du lingot entre 50 et 100mm. Un barreau brut de coulée subit 5 passages successifs ; une longueur de 15cm de la queue est alors remplacée par du métal d'ori-

gine, puis 5 nouveaux passages sont effectués. Les portions de 20cm de longueur prises à 10cm de la tête de deux barreaux ayant subi le traitement décrit ci-dessus, sont soudées ; le lingot obtenu subit 10 nouveaux passages. Nous désignons le métal ayant subi l'ensemble de ce traitement comme aluminium 20 passes. La mesure du rapport de résistivité entre 4,2°K et la température ambiante permet de comparer la pureté d'échantillons d'aluminium de même origine. Cette mesure effectuée par le Laboratoire de recherche de la Société Pechiney à Voreppe conduit, pour des fils de 1mm de diamètre préparés à partir de divers échantillons prélevés dans nos barreaux de zone fondue à une valeur variant entre 120 et 400.10^{-6} .

2.1.2 - TECHNIQUE DE PREPARATION DES MONOCRISTAUX.

Une tôle de 1mm d'épaisseur est préparée par laminage uniaxial d'une portion de lingot épaisse de 10mm. Nous découpons cette tôle en bandes de 5mm de largeur et 200mm de longueur. Le recuit de ces bandes, pendant 5mn dans un four à 550° C, y développe des grains de taille homogène. Le diamètre des grains ne dépasse pas 1mm pour l'aluminium d'origine. Le métal de zone fondue recristallise dès la température ambiante ; le recuit à 550° permet d'atteindre une structure stable dont le diamètre des grains s'étend de 3 à 5mm. Les lames recristallisées subissent un écrouissage par traction ; la déformation est interrompue pour un allongement relatif de 3,5%. Le polissage électrolytique des bandes dans une solution à 20% d'acide perchlorique et 80% d'alcool éthylique élimine les irrégularités de surface et confère à la surface un haut pouvoir réflecteur. Il élimine les régions superficielles éventuellement polluées par les traitements précédents. Le contrôle du temps de dissolution du métal permet de régler l'épaisseur des lames à 10 μ m près. Après polissage, nous découpons, à la pince coupante, des plaquettes de 10mm de longueur dans les bandes. Les échantillons de 10mm de longueur et 5mm de largeur subissent alors le recuit final de préparation des monocristaux. Les plaquettes posées sur la face polie d'un bloc d'aluminium pur sont introduites dans un four à faible

gradient de température. Le gradient axial dans le tube laboratoire est inférieur à $\frac{1}{4}$ de degré par centimètre sur une longueur de 40cm. La régulation détermine des oscillations de température d'amplitude inférieure au demi-degré. Au cours des recuits, la température s'élève de l'ambiante à 300° C à une vitesse de 50° C par heure et de 300° C à la température maximale à une vitesse de 20° C par heure. Le refroidissement s'effectue à 5° C par heure. Pour la plupart des monocristaux étudiés dans la suite de l'exposé, la température de recuit est de 450° C et le temps de maintien à cette température s'élève à 72 heures.

Les échantillons recuits sont en général occupés par plusieurs grains. Leur attaque dans une solution à 45% d'acide chlorhydrique, 15% d'acide nitrique, 10% d'acide fluorhydrique et 30% d'eau distillée révèle le contour des joints de grains. La manipulation des monocristaux nécessite des précautions particulières : en effet la déformation plastique intervient pour des contraintes résolues de quelques grammes par millimètre carré. Nous effectuons le transport des échantillons sur des lames de papier filtre, avant leur collage à l'araldite à une rondelle support d'acier inoxydable.

2.1.3 - OBSERVATION MACROSCOPIQUE DES MONOCRISTAUX.

Au cours de l'attaque chimique les monocristaux recuits sous vide secondaire et ceux recuits à l'air ont un comportement différent. L'attaque des monocristaux préparés sous vide est régulière, le contour des joints de grains apparait au bout de 1 à 2 minutes. La couche brillante de surface est attaquée lentement sur les lames recuites à l'air ; elle demeure par plaques au bout d'un temps supérieur à 5 minutes.

Nous avons testé l'effet de l'écrouissage local sur la taille des grains obtenus dans les lames d'aluminium brut. Lorsque les lames sont découpées par une méthode chimique dans les bandes déformées de 3,5% par traction, la recristallisation

n'intervient pas au cours du recuit. Le découpage mécanique des échantillons entraîne la croissance de nouveaux grains à partir des zones fortement écrouies. Cet effet limite le nombre des grains qui occupent les éprouvettes à la suite du recuit de préparation.

Les plaquettes d'aluminium brut sont occupées après recuit par 1 à 3 grains importants. On note fréquemment la présence de cristallites inclus dans les grains de gros diamètre. Parmi les éprouvettes d'aluminium de zone fondue, nous avons retenu pour notre étude celles dont un grain occupe les $3/4$ de la surface et telles que les autres grains se localisent aux extrémités de la grande dimension. Ces critères sélectifs nous obligent à rejeter 80% des éprouvettes préparées. Les monocristaux d'aluminium de zone fondue ne présentent pas de cristallites inclus. Les joints de grains observés sont fréquemment des joints de macle.

Nous avons orienté les monocristaux par la méthode de Laue par transmission des rayons X. Pour des raisons graphiques, l'incertitude sur l'orientation des directions réticulaires est de l'ordre de 2 degrés. Il importe de repérer avec précision l'orientation de la lame cristalline par rapport au faisceau de rayons X pour ne pas augmenter cette incertitude. Nous indiquons à la figure 1 la projection stéréographique des normales aux faces des grains étudiés par topographie aux rayons X. Il apparaît une dispersion importante de l'orientation du plan des lames cristallines. Les orientations de la normale voisine des pôles $[111]$, $[100]$ et $[110]$ sont moins fréquentes que celles correspondant aux autres régions du triangle standard.

entre la normale aux faces de la lame et les plans réflecteurs et θ l'angle de Bragg ; suivant la disposition du faisceau incident par rapport aux plans réflecteurs, le grandissement horizontal est $\cos(\alpha + \theta)$ ou $\cos(\alpha - \theta)$. Le grandissement vertical est égal à 1,04 et le grandissement horizontal varie entre 0,800 et 1. Nous pouvons définir le pouvoir de résolution comme la plus petite distance entre deux défauts du cristal dont nous séparons les images en projection sur les topogrammes. Les conditions de réalisation des topogrammes ne doivent pas augmenter la dispersion liée à la nature des défauts, au choix de la réflexion sélective et au domaine de longueurs d'onde de la raie $K\alpha_1$. La dimension verticale de l'image d'un point due à la hauteur ε_v de la source est égale à $\varepsilon_v \frac{b}{a}$; sa valeur n'augmente pas notablement le diamètre des images de dislocations. Soit $d\lambda$ la différence des longueurs d'onde des deux raies du doublet $K\alpha$, il lui correspond une variation de l'angle de Bragg $d\theta = \frac{d\lambda}{2 d_{hkl} \cos \theta}$. Une divergence horizontale inférieure à $d\theta$ évite la réflexion simultanée des deux composantes du doublet. Pour une anticathode de molybdène et des plans réflecteurs d'indices $\{111\}$, $d\theta$ a pour valeur 3 minutes d'angle. La divergence due à la dimension horizontale ε_h de la source est négligeable devant $d\theta$. La largeur de la fente F_1 limite la divergence horizontale à une valeur inférieure à $d\theta$.

Le tube de rayons X à microfoyer peut débiter $300 \mu A$ sous 40 kV ; la faible intensité des rayons X diffractés impose l'utilisation de plaques nucléaires à émulsion épaisse pour limiter les temps de pose des topogrammes. Nous avons adopté les plaques nucléaires Ilford L_4 à émulsion épaisse de $100 \mu m$. Leur utilisation impose de placer de façon précise la couche sensible perpendiculairement au faisceau diffracté.

2.2.2 - APPLICATION A L'ETUDE DES DISLOCATIONS.

Nous allons examiner comment la méthode de Lang permet de déterminer les caractéristiques des dislocations, leur distribution dans le volume cristallin et leur densité.

Les conditions optimales de contraste sont réalisées lorsque le produit du coefficient d'absorption linéaire μ par l'épaisseur e du cristal est voisin de 1. Le contraste d'une image de dislocation est maximal lorsque son vecteur de Burgers $\vec{b}$ est parallèle au vecteur diffraction $\vec{g}$. Soit $\vec{L}$ la direction de la ligne de dislocation et $\vec{b}_c$ la composante coin du vecteur de Burgers, les conditions d'extinction s'écrivent :

$$\begin{aligned}\vec{g} \cdot \vec{b} &= 0 & \vec{g} \cdot \vec{b}_c &= 0 \\ \vec{g} \cdot (\vec{b} \wedge \vec{L}) &= 0\end{aligned}$$

L'étude des extinctions des images de dislocation pour trois réflexions sélectives bien choisies permet la détermination des vecteurs de Burgers $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle$ des dislocations.

Les images des dislocations sur les topogrammes constituent la projection de ces défauts suivant une direction perpendiculaire au film. En comparant, sur deux topogrammes, la direction des images aux projections des directions d'indices simples du réseau, on accède à la direction des lignes de dislocations dans le réseau du monocristal. Inversement, la direction projetée des dislocations et celle des rayons X réfléchis définissent leur plan de projection. La connaissance de deux tels plans correspondant à deux réflexions sélectives différentes détermine la direction de la ligne de dislocation dans le réseau. Une dislocation courbe contenue dans un plan se projette différemment suivant l'angle entre son plan et la direction de projection. En suivant l'évolution de la forme d'une boucle ou d'une dislocation courbe en projection pour

différentes directions des rayons X réfléchis, nous pouvons accéder aux indices du plan qui les contient.

La figure 2 montre que la position des images de dislocations par rapport aux marges des topogrammes de section est reliée à la position des défauts dans l'épaisseur du monocristal. Cette observation nous renseigne sur la distribution des dislocations en fonction de la distance aux faces du monocristal.

Nous avons précisé la relation entre le contraste des images et la localisation des défauts dans l'épaisseur de l'échantillon. La position des dislocations par rapport aux faces du cristal est déterminée grâce à la technique des topogrammes de projection limitée proposée par Lang (1963). Si une lèvre de la fente F_2 intercepte une partie du faisceau diffracté, le volume du monocristal compris entre l'une des faces et un plan ne participe plus à la formation de l'image. La position du plan qui limite le volume observé est liée à celle de la lèvre de la fente F_2 . Les résultats concernant le contraste des images des dislocations en fonction de leur distance aux faces du monocristal permettent de localiser les dislocations.

Nous avons mesuré les densités de dislocations, d'une part en comptant leurs intersections avec un plan, d'autre part en déterminant leur longueur réelle dans le volume cristallin. Une droite tracée sur un topogramme de projection est l'intersection du film avec un plan parallèle aux rayons X réfléchis passant par cette droite. Les images de dislocations coupées par la droite sur le topogramme correspondent à des défauts qui traversent la surface du plan projetant. Le rapport entre le nombre d'intersections des images de dislocations avec la droite et l'aire de la section du monocristal qu'elle représente donne une détermination de la densité de dislocations.

Ce rapport doit être corrigé de la proportion des dislocations invisibles sur le topogramme analysé. En outre il importe de tenir compte de la prédominance de dislocations appartenant à certaines familles de vecteurs de Burgers. La présence de dislocations nombreuses de même direction entraîne des variations de la densité mesurée avec la direction de la droite tracée pour le comptage. Après avoir déterminé la direction des lignes de dislocations, nous avons calculé leur longueur réelle. Le rapport de la longueur totale des lignes au volume de l'échantillon conduit à une valeur précise de la densité de dislocations.

2.3 - RESULTATS

--:-:-:-:-:-:-:-

Au cours de ce paragraphe, nous exposons les résultats obtenus en ce qui concerne les densités de dislocations en fonction de la pureté du métal et des paramètres du recuit. Nous examinons la variation du contraste des images des dislocations avec leur position dans l'épaisseur du monocristal. Nous analysons en détail la population des dislocations des monocristaux P_5 , C_3 et G_3 et nous présentons rapidement les caractères généraux des éprouvettes 2G7 α et 2G17 β . Les particularités des monocristaux recuits sous vide sont l'objet de quelques remarques.

2.3.1 - DENSITES DE DISLOCATIONS -

Nous avons mis en évidence le sens de variation de la densité de dislocations avec la pureté du métal et la vitesse de refroidissement du four. En outre l'atmosphère du tube laboratoire influe sur le résultat obtenu. Les monocristaux d'aluminium brut ont une densité de dislocations supérieure

à 10^4 cm/cm^3 . L'examen des topogrammes de section révèle une densité plus élevée au voisinage du plan médian des échantillons que dans les régions proches des faces. La densité de dislocations est faible aux bords des échantillons et dans le volume compris entre un joint de grain et l'une des faces.

Nous avons étudié la perfection de monocristaux préparés à partir de matériaux prélevés à différents stades de la purification. Les densités de dislocations s'élèvent respectivement à 5000 et 1500 cm/cm^3 pour les éprouvettes correspondant à 5 et 11 passages de la zone fondue. La densité de dislocations des monocristaux d'aluminium 20 passes varie entre 1000 et 1500 cm/cm^3 .

L'importance de la vitesse de refroidissement du four nous est apparue lorsque, à la suite d'une panne du four, les échantillons subissaient un refroidissement rapide. Pour une vitesse maximale de 50° C/heure au voisinage de la température de recuit, la densité de dislocations atteint 10^4 cm/cm^3 contre 10^3 cm/cm^3 à la vitesse de 5° C/heure . L'étude des monocristaux d'aluminium 20 passes recuits sous un vide de 5.10^{-6} mm de mercure a montré que la densité de dislocations est égale à 3.10^3 cm/cm^3 et dépasse celle des monocristaux les plus imparfaits préparés à l'air dans les mêmes conditions de recuit (FREMIOT, BAUDELET et CHAMPIER (1968))

2.3.2 - CONTRASTE DES DISLOCATIONS -

D'après Authier et ses coauteurs (1965), les effets dynamiques de contraste observés sur les topogrammes de section caractérisent la perfection des monocristaux. Un renforcement du contraste apparaît aux marges des topogrammes ; on note la présence d'images plus claires que le fond continu. Les topogrammes a) et b) de la planche 1 correspondent respectivement à des monocristaux d'aluminium brut et de métal purifié. Les

effets dynamiques de contraste très apparents pour le métal pur disparaissent pour les monocristaux imparfaits de métal brut.

Le contraste des images de dislocations dépend de leur position par rapport à la face du monocristal d'où émergent les rayons X diffractés au cours de la pose du topogramme. La planche 2 montre deux des topogrammes de projection limitée ayant permis de situer dans l'épaisseur du monocristal un certain nombre de dislocations dont les images sont plus ou moins intenses et diffuses. Le cliché b) correspond à une limitation du faisceau diffracté plus importante que le cliché a). La dislocation A dont l'image est fine et intense se situe entre le plan médian du monocristal et la face d'où émergent les rayons X. La dislocation B de contraste plus diffus est localisée au voisinage du plan médian de l'échantillon. La ligne de boucles notée C sur la figure, de contraste nul sur les topogrammes de projection est à moins de $200 \mu\text{m}$ de la face d'incidence des rayons X. Ces résultats sont obtenus pour un monocristal épais de $900 \mu\text{m}$.

2.3.3 - CONFIGURATIONS DE DISLOCATIONS DANS LE MONOCRISTAL P_5

Contrairement aux autres cristaux observés, le monocristal P_5 est préparé en aluminium purifié par 11 passages de la zone fondue. Le temps de maintien à la température de recuit égale à 450°C est de quelques heures seulement. La projection stéréographique de la figure 3a montre la position de la normale N au plan des faces par rapport aux axes cristallographiques. L'observation globale des topogrammes montre la présence de quelques figures rectilignes, d'hélices, de lignes de boucles, de lignes courbes et de zones de contraste intense entourées d'écheveaux denses de dislocations. Les dislocations courbes se répartissent avec une densité plus élevée au voisinage des zones de contraste intense. Nous observons deux familles de dislocations courbes de vecteurs de Burgers $\frac{a}{2} [1\bar{1}0]$ et

$\frac{a}{2} [10\bar{1}]$. Si nous supposons les lignes proches de plans de glissement, elles appartiennent aux systèmes de glissement $[\bar{1}\bar{1}0](111)$ et $[10\bar{1}](1\bar{1}1)$. Les directions des axes des hélices se répartissent parmi les directions $\langle 110 \rangle$ du réseau cristallin. Le vecteur de Burgers des hélices est parallèle à leur axe. Le diamètre des hélices observées comme telles sur les topogrammes varie de 5 à 70 μ m. Le rapport du pas au diamètre est voisin de 1,5. Le diamètre et le pas de certaines figures varie régulièrement le long de leur axe. Les axes des alignements de boucles coaxiales sont des directions $\langle 110 \rangle$ du réseau. Le vecteur de Burgers des boucles est parallèle à leur axe commun. Le diamètre des boucles varie d'une valeur minimale que l'observation des topogrammes ne permet pas de préciser à un maximum de 20 μ m. La distance entre les boucles d'un alignement est supérieure à leur diamètre. Les dimensions des boucles ne permettent pas de conclusions définitives quant à la nature de leur plan ; cependant leur forme en projection exclut la possibilité d'un plan perpendiculaire à l'axe des empilements. Les topogrammes a) et b) de la planche 3 montrent deux configurations intéressantes. A côté d'une ligne de boucles A nous observons sur le topogramme a) une hélice B dont le trajet dans le cristal se poursuit par un segment rectiligne et un empilement de boucles coaxiales de même axe et de même diamètre que l'hélice. Le topogramme b) montre une hélice qui semble enroulée autour d'une dislocation rectiligne.

2.3.4 - CONFIGURATIONS DE DISLOCATIONS DANS LE MONOCRISTAL C₃.

Nous avons préparé le monocristal C₃ en aluminium purifié. La position de la normale N au plan de la lame par rapport aux axes cristallographiques apparaît sur la projection stéréographique de la figure 3b. Le topogramme $(\bar{1}\bar{1}1)$ de la planche 4a) révèle les aspects particuliers de la population des dislocations de ce monocristal. Les dislocations hélicoïdales ont un aspect irrégulier ; on note la présence de courts

segments émergeant à la surface du monocristal. Des boucles de grand diamètre apparaissent, alors que les alignements de boucles coaxiales sont en nombre réduit. La densité de dislocations calculée pour l'ensemble du monocristal à partir de la longueur effective des lignes de dislocations est de 1400 à 1500 cm/cm³. Les lignes courbes et les boucles isolées contribuent respectivement et de la même façon à 3,5% de la densité totale.

Le pas et le diamètre des dislocations hélicoïdales varient de façon irrégulière. La direction de leur vecteur de Burgers est parallèle à leur axe d'indices cristallographiques $\langle 110 \rangle$. La longueur des hélices atteint 1,70mm et certaines d'entre elles traversent le monocristal. Leur diamètre atteint 50 μm et le rapport du pas au diamètre varie de 1,5 à 4. Le tableau 2 indique la répartition de la longueur totale des hélices en fonction de l'angle entre leur vecteur de Burgers et le plan des faces du monocristal. Il n'apparaît pas d'hélices parallèles à la direction $[\bar{1}10]$ inclinée de 5° sur les faces et très peu d'hélices d'axes $[110]$.

TABLEAU 2

$\vec{b}$	$[110]$	$[101]$	$[011]$	$[\bar{1}10]$	$[\bar{1}01]$	$[0\bar{1}1]$
Angle entre $\vec{b}$ et les faces du cristal.	27°	53°	64°	5°	26°	20°
<u>Hélices</u> ; Distribution des longueurs de lignes (%)	2	32	25	0	25	16
Diamètre (μm)	-	< 10	< 10	-	≤ 20	≤ 50
<u>Boucles isolées</u> Nombre par cm ³	0	400	11.	0	200	11.
Dimension moyenne μm	-	125x220	50x80	-	100x100	50x100
Plan des boucles	-	(011)	(101)	-	(011)	(101)
Direction des côtés rectilignes	-	$[2\bar{1}1]$	$[\bar{1}21]$	-	$[21\bar{1}]$	$[\bar{1}2\bar{1}]$

Les boucles isolées observées dans ce monocristal ont des dimensions particulièrement importantes, la plus grande de leurs dimensions atteignant $300\text{ }\mu\text{m}$. Les plus développées présentent deux segments parallèles raccordés par des lignes courbes de contraste plus large. La figure 4 montre la configuration de ces boucles. La direction des côtés parallèles est l'axe $\langle 112 \rangle$ situé à l'intersection du plan $\{110\}$ de la boucle et d'un plan $\{111\}$ qui lui est perpendiculaire. Le vecteur de Burgers des boucles, contenu dans le même plan $\{111\}$ que la direction $\langle 112 \rangle$ des côtés rectilignes fait un angle de 30° avec le plan $\{110\}$ de la boucle. La planche 4b) montre une boucle dont la plus grande dimension atteint $200\text{ }\mu\text{m}$. Située dans le plan (011) elle a pour vecteur de Burgers $\frac{a}{2} [\bar{1}01]$. Ses côtés rectilignes sont parallèles à $[2\bar{1}1]$. Le tableau 2 indique également la densité des boucles isolées et leurs caractéristiques dimensionnelles et géométriques pour les différents vecteurs de Burgers. Les boucles de vecteur de Burgers très incliné sur les faces sont les plus nombreuses. Les boucles de grandes dimensions n'apparaissent que dans les plans $\{110\}$ peu inclinés sur les faces du monocristal.

2.3.3 - CONFIGURATIONS DE DISLOCATIONS DANS LE MONOCRISTAL G_3

Nous avons préparé le cristal G_3 en aluminium purifié. La direction de la normale N aux faces de la lame est repérée sur la projection stéréographique de la figure 3c). Le topogramme $(\bar{1}11)a)$ de la planche 5 réalisé après une courte attaque chimique de révélation des joints de grains montre une forte densité de segments courts voisins de la face d'émergence des rayons X. Après attaque pendant 20 minutes à l'acide fluorhydrique dilué, la topographie $(\bar{1}11)b)$ de la planche 5 révèle la disparition du plus grand nombre des segments observés précédemment. L'extension des zones

de fort contraste a diminué considérablement ; ce fait démontre leur localisation près de la surface du monocristal. Les segments de dislocations voisins de la surface qui n'ont pas disparu au cours de l'attaque chimique ont pour la plupart un vecteur de Burgers $\frac{a}{2}[\bar{1}10]$. Leur contraste est particulièrement intense et la position de leurs émergences apparaît clairement sur les topogrammes $(\bar{1}11)$ et $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$.

Les hélices observées dans le cristal G_3 ont les caractères décrits à propos de l'échantillon C_3 . Les plus nombreuses ont un vecteur de Burgers $\frac{a}{2}[\bar{1}10]$ incliné de 80° sur les faces. Les boucles distribuées au hasard ont un diamètre qui s'étend de 10 à $150\mu\text{m}$. Leurs caractéristiques géométriques sont celles décrites pour le monocristal C_3 . Nous observons, comme dans les cristaux P_5 et C_3 des écheveaux de dislocations entourant des régions de contraste élevé. Autour de zones de contraste intense de diamètre inférieur à $100\mu\text{m}$, nous observons des configurations de dislocations particulières. Les topogrammes $(\bar{1}11)$ et $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ de la planche 6 montrent en A et B des arrangements d'axes bien définis d'indices cristallographiques $[\bar{1}01]$ et $[0\bar{1}1]$. Le vecteur de Burgers des dislocations est parallèle à l'axe des arrangements. Les dislocations de l'arrangement B apparaissent clairement comme des demi-boucles prismatiques coupées par la surface du monocristal. La nature des dislocations observées en A est moins évidente.

Les topogrammes $(\bar{1}11)$ et $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ de la planche 7 montrent, au voisinage du point de collage de l'échantillon à son support, 3 familles de dislocations approximativement rectilignes et parallèles. Certaines d'entre elles s'étendent jusqu'à 3mm du point de fixation du monocristal. Leur contraste, constant le long de leurs lignes, est différent de celui des dislocations originelles ; nous attribuons leur origine à une flexion accidentelle de l'échantillon, au cours des manipulations. Les trois familles de dislocations observées appartiennent

nent aux systèmes de glissement $[\bar{1}10](111)$, $[011](1\bar{1}1)$ et $[0\bar{1}1](\bar{1}11)$. Le nombre des dislocations du système $[\bar{1}10](111)$ a augmenté à la suite des manipulations d'attaque chimique du cristal. Les dislocations appartenant aux trois familles décrites ont une forte composante vis.

2.3.6 - CONFIGURATIONS DE DISLOCATIONS DES MONOCRISTAUX 2G7 α et 2G17 β .

Les monocristaux 2G7 α et 2G17 β en aluminium purifié sont préparés de façon identique aux cristaux C_3 et G_3 . Les projections de leurs normales N sont repérées respectivement sur les projections stéréographiques des figures 3d et 3e. La densité de dislocations dans ces monocristaux est égale à 10^3 cm/cm³. Les configurations de dislocations sont analogues à celles décrites pour les cristaux C_3 et G_3 . Cependant il apparaît très peu d'hélices résolues. Des dislocations ayant un trajet au hasard sont observées dans l'ensemble du volume des éprouvettes. Une forte densité de dislocations fraîches est en outre observée près du point de collage du monocristal 2G17 β à son support.

2.3.7 - CONFIGURATIONS DE DISLOCATIONS DANS LES MONOCRISTAUX RECUIITS SOUS VIDE.

Les monocristaux d'aluminium purifié recuits sous un vide de $5 \cdot 10^{-6}$ mm de mercure ont une population de dislocations différente de celle des cristaux recuits à l'air. Nous y observons essentiellement des hélices et des alignements de boucles coaxiales. Ces figures d'axes parallèles à leurs vecteurs de Burgers sont longues et régulières. Leur diamètre atteint $40 \mu\text{m}$ et leur longueur dépasse 1mm. Le rapport du pas au diamètre varie entre 1 et 1,2. Les figures les plus nombreuses ont un vecteur de Burgers incliné d'un angle élevé sur les faces.

C H A P I T R E 3

ETUDE DE LA MICRODEFORMATION PLASTIQUE

DES MONOCRISTAUX D'ALUMINIUM

3.1 - DISPOSITIF EXPERIMENTAL

~*~*~*~*~*~*~*~*~*~*~*~*~*~*~*~*

3.1.1 - DISPOSITIF A FIXATION RIGIDE DU MONOCRISTAL.

Nous avons réalisé un premier dispositif de traction destiné à l'observation par topographie aux rayons X des monocristaux placés sous contrainte. La figure 5a montre ce dispositif. Le monocristal collé sur une face à une rondelle d'acier inoxydable fixée sur la tête goniométrique du diffractographe est soumis, à son extrémité libre, à la force de traction due au poids d'une masselotte. Nous avons observé, avec ce dispositif, une déformation hétérogène qui se localisait dans la région du point de fixation du monocristal à son support. Cet effet peut être dû au défaut d'alignement de la force appliquée avec l'axe du monocristal. La composante de la force, normale au plan de la lame cristalline, peut créer un moment de flexion maximal dans la région du point collage du monocristal. Un champ de contrainte hétérogène se superpose aux contraintes dues à l'effort de traction. Les valeurs des contraintes dues à la composante de flexion sont maximales et opposées sur les faces de la lame et nulles dans son plan médian ; elles croissent de façon linéaire de l'extrémité libre du monocristal à son point de fixation. Etant données la forme et les dimensions de nos échantillons, le calcul montre qu'un défaut d'alignement de un degré de la force avec l'axe du monocristal engendre des contraintes de flexion maximales du même ordre que celles dues à la traction pure. La conséquence est une multiplication localisée des dislocations fraîches qui ne permet pas leur résolution et, d'autre part, une incertitude sur les contraintes effectives ayant provoqué cette multiplication.

3.1.2 - DISPOSITIF A FIXATION LIBRE DU MONOCRISTAL.

Pour diminuer le moment de flexion parasite au cours de l'essai de traction nous avons construit un second dispositif tel que le monocristal s'oriente librement sous l'action de la force appliquée. Ce dernier est décrit par la figure 5b. Une extrémité du monocristal est collée sur la tranche à une demi-rondelle d'acier inoxydable de façon que les plans médians de cette rondelle support et du cristal soient confondus. Au cours de l'essai de traction, nous suspendons la rondelle support à un point fixe par l'intermédiaire d'un cardan. Des poids sont appliqués progressivement à l'extrémité libre du monocristal grâce à une crémaillère.

Nous avons réduit le couple parasite éventuel dû au poids de la rondelle support en calant l'échantillon de façon précise au cours de son collage.

Les caractéristiques de ce dispositif de traction nous obligent à effectuer l'essai de traction en dehors du diffractographe et à relâcher les contraintes pour l'observation du monocristal par topographie aux rayons X.

3.2 - TRACTION DU MONOCRISTAL G_3

Nous avons décrit au paragraphe 2.3.5 les configurations de dislocations de ce cristal. Le dispositif de traction à fixation rigide du monocristal (3.1.1) a permis d'obtenir des topogrammes de projection de l'éprouvette sous contraintes. Le système primaire de glissement $(111) [0\bar{1}1]$ et le système de facteur de Schmid immédiatement inférieur $(111) [\bar{1}10]$ ont le même plan de glissement incliné de 39° sur les faces de l'éprouvette. Nous avons réalisé 5 topogrammes $(20\bar{2})$ du cristal placé sous des forces comprises entre 40,6 et 55,6g. Les dislocations fraîches

des deux systèmes de glissement désignés ci-dessus donnent lieu à un contraste sur ces topogrammes ($20\bar{2}$). Après l'essai de traction pour une force de 55,6g, nous avons supprimé la charge et posé les topogrammes qui permettent l'identification des vecteurs de Burgers des dislocations.

Les topogrammes obtenus sous contraintes montrent la formation de dislocations sensiblement parallèles de grande longueur dans le volume du cristal proche de son point d'attache à la rondelle support. Le nombre de ces dislocations augmente de façon considérable avec la force appliquée. Le front de la zone perturbée progresse vers le point d'application de la force au cristal, lorsque les contraintes croissent. Le contraste diffus des lignes et leur densité élevée n'autorisent pas une étude de leur développement avec les cisssions appliquées.

Après suppression de la charge, un topogramme ($20\bar{2}$) ne révèle pas de phénomène de relaxation des lignes de dislocation. L'étude topographique effectuée après déformation montre que les dislocations fraîches appartiennent au système de glissement (111) $[\bar{1}10]$. Le système primaire de glissement n'est pas activé alors que son facteur de Schmid égal à 0,412 dépasse nettement celui du système (111) $[\bar{1}10]$ égal à 0,350. Les cisssions résolues sur le système de glissement activé ont varié au cours des essais de 4,19 à 5,70g/mm². Cette dernière valeur ne s'est pas avérée suffisante pour développer des dislocations fraîches dans le volume du cristal compris entre 0 et 2mm du point d'application de la force. Les dislocations fraîches résolues sont faiblement courbées entre des points d'ancrage dont l'espacement peut atteindre 300 μ m. Leur longueur totale peut être évaluée à 3mm ; leur direction voisine de la trace de leur plan de glissement sur celui des faces est à 8° de la direction de leur vecteur de Burgers $\frac{a}{2} [\bar{1}10]$. Nous remarquons que ces dislocations ont des caractéristiques identiques à celles de l'une des trois

P	h	[110]	[101]	[011]	[110]	[101]	[011]
(111)					0	0	0
(1 $\bar{1}$ 1)	0, 120		0234			0, 866 ecuj	
(1 $\bar{1}$ 1)			0, 120	0, 101	0, 1410 1410		
(1 $\bar{1}$ 1)	0, 290	0, 220					0, 065
(1 $\bar{1}$ 1)	0	0	V	V	V	V	0
(1 $\bar{1}$ 1)	V	0	0	0	0	V	V
(020)	V	0	V	V	V	V	V
(200)	V	V	0	0	V	V	0
(1 $\bar{1}$ 1)	0	0	V	V	V	V	0
(0 $\bar{2}$ 0)	V	0	V	V	V	0	V

P	31g	36g	41g	45g	49g	54g	58g	63g	69g	79g	F
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	τ_p g/mm ²
0	4, 24	5, 75	6, 56	7, 20	7, 64	8, 64	9, 20	10, 1	11		
0	4, 12	4, 72	5, 45	6, 00	6, 52	7, 19	7, 65	8, 4	9, 17		τ_o g/mm ²
1437	1441	1443	1447	1448	1485	1491	1494	1501	1507	1511	
1431				1478							
1418											
1436				1466							
				1452							
							1498				

TABLEAU 3 : 2G7A

Nous avons étudié au paragraphe 2.3.6 les configurations de dislocations originelles présentes dans le monocristal 2G7 α . L'essai de traction effectué avec le second dispositif (3.1.2) consiste à appliquer pendant 5 minutes une charge constante au monocristal. Cette force est alors relâchée et le monocristal observé par topographie aux rayons X pour mettre en évidence les modifications de sa structure. Nous utilisons une réflexion sélective d'indices $(\overline{1}11)$ tels que les dislocations fraîches des deux systèmes de glissement les plus activés donnent lieu à un contraste. Le tableau 3 indique la séquence des topogrammes réalisés pour différentes valeurs des cisssions appliquées. Pour certaines valeurs de la cisssion, la pose de topogrammes correspondant à différentes réflexions sélectives permet de préciser le vecteur de Burgers des dislocations fraîches et leur forme géométrique et de vérifier l'absence ou l'apparition de nouveaux systèmes de glissement.

3.3.2 - EVOLUTION GÉNÉRALE DES CONFIGURATIONS DE DISLOCATIONS A LA SUITE DES ESSAIS DE TRACTION.

Dès le premier essai de traction on note de petits mouvements de certaines dislocations originelles. L'amplitude et le nombre de ces mouvements croissent avec les contraintes. Des lignes de dislocations fraîches appartenant au système primaire et au système conjugué apparaissent simultanément dans l'éprouvette. Les relations éventuelles entre ces deux familles de dislocations et la configuration des dislocations originelles sont difficiles à établir compte-tenu du pouvoir de résolution limité de la méthode d'observation.

Les topogrammes 1437, 1447, 1485 et 1507 de la planche 8 montrent l'évolution des configurations de dislocations dans l'ensemble du monocristal pour diverses valeurs de la force appliquée. Le topogramme 1447 révèle l'apparition des dislocations

fraîches dans les systèmes primaire et conjugué. Les topogrammes 1485 et 1507 montrent la multiplication des dislocations fraîches des deux systèmes de glissement et le développement des lignes déjà apparues.

3.3.3 - EVOLUTION DES DISLOCATIONS ORIGINELLES.

Nous observons le mouvement des dislocations originelles au hasard de vecteurs de Burgers $\frac{a}{2} [10\bar{1}]$. Les mouvements interviennent dès l'essai de traction correspondant à une force de 36g. Ils intéressent les segments de dislocations voisins de la surface du monocristal. Le nombre des dislocations mobiles augmente avec les contraintes appliquées. L'amplitude du mouvement peut être telle qu'elle conduise à une configuration analogue à celle des dislocations fraîches de même vecteur de Burgers $\frac{a}{2} [10\bar{1}]$. Les topogrammes de la planche 9 illustrent les considérations précédentes. Les topogrammes a) et b) montrent le déplacement de l'émergence de la dislocation A. Le topogramme b) correspond à une force appliquée de 41g.; l'amplitude du déplacement est de 160 μm . La position de l'émergence de la dislocation B est modifiée sur le topogramme c) de la planche 9. Nous avons obtenu ce topogramme après application d'une force de 45g.

3.3.4 - DISLOCATIONS FRAICHES DU SYSTEME PRIMAIRE.

La direction de projection des topogrammes ($\bar{1}11$) se trouve à 7° du plan de glissement primaire. Les dislocations fraîches du système primaire apparaissent donc sur ces topogrammes comme des lignes droites. Les topogrammes ($0\bar{2}1$) qui permettent de projeter le réseau des dislocations suivant une direction plus éloignée du plan de glissement primaire montrent que les dislocations fraîches du système primaire sont parallèles à une face du cristal et y émergent par deux portions incurvées.

Les sources de dislocations du système primaire sont activées à partir d'une cisssion résolue comprise entre 5,75 et 6,56g/mm². Leur longueur après formation varie de 500 μ m à 2mm. Nous n'avons pas pu attribuer leur origine à des segments de dislocations visibles du réseau des dislocations originelles. Les topogrammes a), b) et c) de la planche 10 montrent, en A, l'apparition et le développement d'une dislocation fraîche primaire. On note son aspect rectiligne. Sa longueur égale à 800 μ m sur le cliché b pour une cisssion résolue de 6,56g/mm² atteint 1200 μ m pour le cliché c) obtenu après application d'une cisssion de 7,20g/mm².

La densité des dislocations du système primaire augmente avec la cisssion par développement des dislocations existantes, formation de nouvelles sources et probablement multiplication à partir d'une source unique. La courbe de la figure 7 indique la variation de la densité globale des dislocations du système primaire avec la cisssion résolue. La densité de dislocations croît régulièrement avec la cisssion et atteint 2000cm/cm³ pour une cisssion résolue de 11g/mm².

Le diagramme de la figure 8 indique l'augmentation de longueur d'une dislocation particulière avec la cisssion résolue. On note que pour certaines positions de la dislocation son développement s'interrompt dans un certain domaine de contrainte. La longueur des dislocations s'accroît par déplacement de leurs deux émergences le long de la trace du plan de glissement primaire sur le plan des faces. Au cours du mouvement les lignes de dislocation restent confinées entre la face du cristal où elles émergent et le plan médian. Leur longueur atteint 5mm et leur direction est parallèle à la trace du plan de glissement sur les faces. Elles prennent ainsi une configuration essentiellement vis.

La courbe de la figure 9 indique l'accroissement régulier du nombre N des sources de dislocations isolées avec

la cisssion. L'ensemble des sources de dislocations apparaît à la surface du cristal ou au voisinage de celle-ci.

Pour des contraintes croissantes, certaines images de dislocations primaires des topogrammes ($\bar{1}11$) présentent un contraste plus marqué et une largeur croissante. Le topogramme 1498 obtenu pour une réflexion ($0\bar{2}0$) montre que certaines de ces images correspondent à des arrangements de 2 à 4 dislocations concentriques. Ces observations laissent penser à l'existence de la multiplication à partir d'une source.

3.3.5 - DISLOCATIONS FRAICHES DU SYSTEME CONJUGUE.

Les premières dislocations du système conjugué apparaissent après application d'une cisssion résolue de $5,45\text{g/mm}^2$. Cependant leur localisation au voisinage de zones de contraste intense situées à la surface du cristal laisse penser qu'elles sont dues au développement de dislocations originelles de vecteur de Burgers $\frac{a}{2} [10\bar{1}]$. Les sources isolées du système conjugué apparaissent à partir d'une cisssion résolue comprise entre 6,00 et $6,52\text{ g/mm}^2$. Les topogrammes a) et b) de la planche 11 montrent que les dislocations fraîches conjuguées ont, après leur apparition, la forme de demi-boucles semi-circulaires ou polygonales présentant leurs deux émergences à la même face du cristal. Pour une cisssion résolue de $6,52\text{g/mm}^2$, leur diamètre atteint $450\mu\text{m}$.

La courbe de la figure 10 montre que le nombre des sources activées augmente peu au-delà d'une cisssion appliquée de $7,19\text{ g/mm}^2$. Les topogrammes c) et d) de la planche 11 montrent le mode de développement des dislocations conjuguées. Les lignes de dislocations ne pénètrent pas vers l'intérieur du volume cristallin. Leurs deux émergences s'écartent l'une de l'autre, cependant que le rayon de courbure des demi-boucles augmente. L'essentiel du trajet des lignes devient parallèle à la trace du plan de glissement sur les faces et proche de la direction du vecteur

$\frac{h}{P}$	[110]	[011]	[110]	[T01]	[0T1]
(111)			0,234	0,266	0,498
(1T1)	0,142		0,464	0,316	
(T11)		0,357	0,224	0,134	
(T11)	0,045	0,236			0,189
(T11)	0	0	V	V	0
(T1T)	0	V	0	0	V
(200)	V	V	0	V	0

	0	30	35	40	45	50	55	55	60,3	65,3	72,3	77,3	84	89	102,3	122,3	F
	0	5,43	6,33	7,24	8,15	9,05	9,95	10,3	11,3	12,3	13,6	14,5	15,8	16,7	19,2	23,2	τ_p
	0	5,05	5,90	6,74	7,58	8,42	9,26	9,6	10,5	11,46	12,7	13,5	14,7	15,6	17,9		τ_g
	1479						1523							1549			
	1480	1499	1502	1508	1513	1514	1518	1530	1531	1532	1538	1539	1540	1541	1542	1550	1551
	1484						1525										

TABLEAU 4 (2017a)

pose des topogrammes ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$) révèle les dislocations du système primaire. Le tableau 4 montre la séquence des topogrammes pour les valeurs successives des forces appliquées. Le monocristal dont les surfaces sont traitées par attaque chimique subit des essais de traction jusqu'à une force maximale de 55g. La réalisation des trois topogrammes ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$), ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$) et (200) après ce dernier essai permet l'analyse des modifications subies par les dislocations du cristal. Après polissage électrolytique de ses faces, le monocristal est observé par topographie aux rayons X, puis il subit des tractions successives pour des forces comprises entre 55 et 123g.

3.4.2 - TRACTION DU MONOCRISTAL TRAITE PAR ATTAQUE CHIMIQUE.

Soient τ_p et τ_s les cisssions résolues sur le système primaire et le système secondaire de glissement. Nous observons le mouvement des dislocations originelles de vecteur de Burgers $\frac{a}{2} [0\bar{1}1]$ dès le premier essai de traction sous une cisssion de 5,43 g/mm². Ce mouvement intéresse des segments de dislocations au hasard et affecte les portions voisines des émergences. Celles-ci se déplacent le long de la trace du plan de glissement (111) sur le plan des faces. L'extension des lignes est de 700 μ m sous une cisssion τ_p de 7,24g/mm² ; elle atteint 2300 μ m sous une cisssion τ_p de 10 g/mm². Certains segments de dislocations au hasard de vecteur de Burgers $\frac{a}{2} [\bar{1}10]$ et $\frac{a}{2} [011]$ montrent des modifications locales de courbure après l'essai sous une cisssion τ_p de 10 g/mm².

Des dislocations fraîches du système primaire sont observées dans le monocristal avant l'essai de traction. Nous attribuons leur origine à une flexion accidentelle de l'éprouvette. Leur longueur varie entre 1 et 3 millimètres ; leur direction générale est voisine de la trace du plan (111) sur le plan des faces. Leur vecteur de Burgers $\frac{a}{2} [0\bar{1}1]$ se trouve à 70° de la direction des lignes. La plupart de ces dislocations émergent sur la face de sortie des rayons X, quelques unes seulement sont proches de

la face d'entrée. Une forte densité de dislocations du système primaire occupe le volume du cristal entre le bord fixé au support et un plan situé à 3mm de ce bord. Les dislocations A, B et C du topogramme 1480 de la planche 13 appartiennent à la famille de dislocations fraîches décrites ci-dessus. Le topogramme 1499 obtenu après application d'une cisssion τ_p de $5,43\text{g/mm}^2$ montre que la dislocation A, proche de la face d'émergence des rayons X et la dislocation B proche de la face d'entrée disparaissent. La dislocation C proche de la face d'entrée des rayons X diminue sa longueur de $500\mu\text{m}$ environ. Une bande comprenant 3 dislocations fraîches ne révèle que des modifications locales de ces lignes. Pour des cisssions τ_p comprises entre $6,33$ et 10g/mm^2 , le nombre des dislocations sensiblement parallèles de cette bande s'accroît jusqu'à 5. Les topogrammes 1502 et 1508 de la planche 14 montrent qu'en A, là où préexistait une dislocation fraîche proche de la face d'entrée des rayons X, il apparaît sous une cisssion τ_p de $7,24\text{g/mm}^2$, 4 à 5 dislocations de même contraste diffus dont les émergences s'alignent suivant une direction parallèle à la trace du plan (111) sur les faces.

Après application d'une cisssion τ_s de $9,26\text{g/mm}^2$, nous observons l'apparition de quelques dislocations fraîches du système secondaire. Elles se localisent près du point d'application de l'effort de traction à l'éprouvette.

3.4.3 - EFFETS DU POLISSAGE ELECTROLYTIQUE.

Après traction du cristal sous 55g, nous l'avons soumis à un polissage électrolytique pendant 5 minutes dans la solution indiquée au paragraphe 2.1.2 ; l'épaisseur du cristal diminue alors de $20\mu\text{m}$. Après ce polissage, l'extension des zones de contraste intense localisées à la surface décroît. La configuration des dislocations originelles évolue peu, cependant que

la longueur de la plupart des dislocations fraîches du système primaire diminue de 0,3 à 1mm. Cette observation confirme leur localisation près des faces du monocristal.

3.4.4 - TRACTION DU MONOCRISTAL POLI PAR ELECTROLYSE.

Pour des cisssions résolues sur le système primaire comprises entre 10,3 et 19,2 g/mm², la densité des dislocations du système primaire évolue peu dans les régions où elle était initialement faible ; les lignes s'incurvent localement entre des points d'ancrage et simultanément elles s'allongent dans une direction parallèle aux faces du cristal ; on note près d'un bord du cristal la formation d'une dislocation fraîche primaire.

Une multiplication importante des dislocations fraîches primaires intervient lorsque τ_p varie entre 10,3 et 19,2g/mm² dans les zones où préexistaient des bandes de dislocations fraîches de ce système.

Le topogramme 1549 qui correspond à une cisssion τ_s de 15,6g/mm² révèle la multiplication des dislocations du système secondaire aux deux extrémités de l'éprouvette, dans les régions où la surface était protégée du polissage. La forme de boucles de dislocations originelles de vecteur de Burgers $\frac{a}{2}$ [011] apparaît modifiée sur ce même topogramme.

La courbe de la figure 12 indique la variation de la densité ρ des dislocations fraîches du système primaire avec la cisssion τ_p dans les régions du cristal à faible densité initiale de dislocations. On observe la croissance rapide de ρ lorsque τ_p varie entre 7 et 10 g/mm² pour le cristal poli chimiquement. La densité de dislocations du cristal poli par électrolyse reste sensiblement stationnaire pour des cisssions τ_p comprises entre 10,3 et 19,2 g/mm². Après application d'une cisssion τ_p de 23,2g/mm², la densité de dislocations augmente dans des proportions telles qu'elles ne sont plus résolues sur les topogrammes.

C H A P I T R E 4

DISCUSSION DES RESULTATS

Les monocristaux sur lesquels porte cette étude ont une densité de dislocations particulièrement faible, toujours inférieure à $2 \cdot 10^3 \text{ cm/cm}^3$; aussi les configurations de dislocations qu'ils contiennent ne peuvent pas être analysées en termes de réseau de Frank. Nous tenterons de relier au paragraphe 4.1 la structure des dislocations originelles de ces cristaux aux paramètres du traitement de préparation. Les résultats des expériences de microdéformation plastique sont analysés aux paragraphes 4.2 à 4.5. Le domaine des forces appliquées aux monocristaux s'étend de 30 à 120g pour une section droite voisine de 3 mm^2 . Pour des cisssions résolues sur les systèmes de glissement actifs comprises entre 5 et 20 g/mm^2 , nous observons la multiplication des dislocations des éprouvettes. Noggle et Koehler (1966) indiquent pour les monocristaux d'aluminium une limite élastique macroscopique comprise entre 55 et 100 g/mm^2 . Les valeurs rapportées par Berner (1960) et Howe, Liebmann et Lücke (1961) sont respectivement égales à 66 et 75 g/mm^2 . Nous observons donc la multiplication des dislocations à l'intérieur du domaine de déformation élastique conventionnel. Pour une déformation élastique relative égale à $3,35 \cdot 10^{-6}$, nous avons estimé la déformation plastique d'après l'aire balayée par les dislocations à $5,7 \cdot 10^{-7}$, soit 14,5% de la déformation totale. La microdéformation plastique observée provient du mouvement de certaines dislocations originelles, du développement des dislocations fraîches éventuellement introduites par accident et de l'apparition de sources de dislocations fraîches. Nous examinerons les contributions de chacun de ces mécanismes à la microdéformation plastique observée dans le domaine élastique conventionnel.

4.1 - DENSITES ET CONFIGURATIONS DES DISLOCATIONS ORIGINELLES
- - - - -
DES MONOCRISTAUX DE RECRISTALLISATION
- - - - -

Nous avons observé que les densités de dislocations des monocristaux de recristallisation préparés avec de l'aluminium à 99,988 % dépassaient 10^4 cm/cm³ quel que soit le traitement de préparation. La perfection des monocristaux augmente avec la pureté du métal, cependant, l'effet n'est pas très sensible entre un aluminium traité par 10 passes de zone fondue et le métal obtenu après 20 passes.

Les monocristaux de recristallisation contiennent des hélices, des lignes de boucles coaxiales et des boucles isolées ; ces figures sont caractéristiques d'un phénomène de montée des lignes de dislocations. Le monocristal P_5 préparé par un recuit avec pallier court à l'air et les cristaux recuits sous vide ont une forte densité d'hélices et de lignes de boucles coaxiales d'aspect régulier. Ces figures ont leur axe parallèle à leur vecteur de Burgers $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle$; le rapport du pas au diamètre des hélices varie de 1,2 à 1,5. Les hélices sont moins nombreuses et moins régulières dans les monocristaux recuits 72 heures à l'air ; leur rapport pas-diamètre varie de 1,5 à 4. Il apparaît très peu de lignes de boucles coaxiales dans ces cristaux, par contre de nombreuses boucles isolées de diamètre compris entre 10 et 300 μ m sont observées. On note la présence de nombreuses demi-boucles au voisinage de leurs faces. Quelle que soit la méthode de préparation, les figures d'axe rectiligne les plus nombreuses font un angle élevé avec la surface des lames monocristallines.

Nous observons fréquemment des zones fortement contrastées entourées d'écheveaux denses de dislocations. Ces dislocations sont probablement émises au cours du refroidissement, du fait de contraintes locales autour de précipités ou d'inclusions. Jones et

Mitchell (1958), Parasnis et Mitchell (1959) observent par décoration un tel effet autour de billes de verre incluses dans des monocristaux de chlorure d'argent. Clarebrough, Mitchell et Smith (1967) mettent en évidence par topographie aux rayons X des empilements de dislocations d'axe $\langle 110 \rangle$ autour de bulbs d'hydrogène dans des monocristaux de cuivre.

Nøst et ses coauteurs (1967 a et b) d'une part, Authier et ses coauteurs (1965) d'autre part, proposent des mécanismes différents pour rendre compte des configurations de dislocations des monocristaux d'aluminium préparés par recristallisation. Les mécanismes proposés sont liés dans les deux cas aux sursaturations de lacunes retenues pendant le refroidissement. Pour les premiers, la formation des alignements de boucles coaxiales provient d'une source hélicoïdale du type décrit par Amelinckx et Bontinck (1957) mettant en jeu une boucle glissile bloquée par un précipité. Pour les seconds, de longues dislocations vis constitueraient l'essentiel de la population de dislocations après recristallisation des lames ; celles qui sont faiblement inclinées sur les faces seraient attirées par elles ; les autres seraient converties en hélices puis en rangées de boucles coaxiales par absorption de lacunes (Bontinck, 1967). Le second mécanisme est en accord avec le fait que nous observons simultanément des hélices et des lignes de boucles coaxiales (Frémiot, Baudalet, Champier, 1968). Les grandes boucles observées dans les monocristaux recuits à l'air ont probablement pour point de départ de petites boucles émises par les hélices au cours de leur croissance, certaines ayant crû par absorption de lacunes au détriment des autres qui ont disparu par émission de lacunes (Frémiot, Champier 1967). Le nombre de lacunes nécessaires à la montée des dislocations vis pour donner les hélices et boucles observées ne représente que 0,2 à 0,5% des lacunes à l'équilibre thermique à 450° C. Les sursaturations de lacunes obtenues sont vraisemblablement plus élevées dans les monocristaux recuits à l'air que dans ceux recuits sous vide : on y observe davantage de lignes au hasard et des boucles de très grand diamètre. Les différences essentielles entre les effets observés sont dues à la présence de la couche

d'oxyde : la couche plus épaisse formée à l'air peut empêcher l'élimination des lacunes à la surface et sa formation à haute température peut aussi créer des lacunes à l'interface métal-oxyde par migration des ions aluminium vers la surface (Doherty et Davis, 1963 - Francis, 1967). L'observation des figures d'attaque thermique confirme l'importance de la couche d'oxyde. Kasen, Taggart et Polonis (1966) attribuent leur formation à la condensation des lacunes en sursaturation et indiquent qu'elles apparaissent à la surface d'échantillons recuits et refroidis à l'air et ne sont pas observées à la surface d'échantillons traités sous vide. Le rôle de la couche d'oxyde dans l'aluminium dépend probablement de la température. Au cours du revenu d'échantillons d'aluminium purs trempés, Harris et Masters (1966) d'une part, Dobson, Goodhew et Smallman (1967) d'autre part n'observent pas, par microscopie électronique, la croissance des boucles prismatiques entre 130 et 210° C. Dans les mêmes conditions, les boucles prismatiques croissent dans des lames minces d'alliage Al-0,65 % Mg (Kritzing, Dobson, Smallman (1967)). On peut admettre que ces températures ne soient pas suffisantes pour permettre la formation d'une couche d'oxyde d'épaisseur suffisante dans l'aluminium pur alors que la formation de l'oxyde peut jouer un rôle à la température de 450° C qui est celle de nos recuits.

4.2 - CONTRIBUTION DES DISLOCATIONS ORIGINELLES

A LA DEFORMATION PLASTIQUE.

4.2.1 - DISLOCATIONS IMMOBILES.

Les essais de traction effectués sur nos monocristaux jusqu'à des cisssions résolues de 20g/mm^2 montrent que la majorité des **dislocations** originelles observées en volume ne sont pas déplacées. En particulier nous n'avons pas décelé de mouvements des

hélices et des dislocations courbes de grand rayon. Les segments rectilignes des boucles de grand diamètre ne jouent aucun rôle dans la multiplication des dislocations. Nous avons souligné au paragraphe précédent que ces figures résultaient de la montée des dislocations préexistantes. La forte densité des crans mis en jeu par ce phénomène de montée s'oppose probablement au glissement des dislocations observées en volume.

4.2.2 - DISLOCATIONS ORIGINELLES MOBILES.

Nous observons le mouvement de dislocations originelles au hasard, près de la surface de nos monocristaux. Les segments mobiles ont des vecteurs de Burgers appartenant aux systèmes de glissement de facteurs de Schmid supérieurs à 0,2 ; les mouvements importants concernent les deux systèmes de glissement les plus actifs. Lorsque l'amplitude du déplacement de l'émergence de la dislocation mobile dépasse 200 μ m, nous pouvons affirmer qu'il s'effectue le long de la trace du plan de glissement de la dislocation sur le plan de la face.

On peut penser que le long d'une ligne de dislocation qui émerge à la surface, la densité des crans diminue avec la proximité de la surface, du fait de leur diffusion le long de la dislocation sous l'action de la force-image. Ce résultat rend les portions de dislocations voisines de la surface plus mobiles que celles situées en volume. Après avoir été déplacées, les dislocations ne reviennent pas à leur position initiale lorsque la force est relâchée. Tout se passe comme si les dislocations avaient à surmonter des obstacles au cours de leur mouvement, les derniers obstacles franchis empêchant la relaxation des lignes après suppression de la contrainte.

4.3 - CONTRIBUTION DES DISLOCATIONS FRAICHES

ACCIDENTELLES A LA DEFORMATION PLASTIQUE

4.3.1 - INTRODUCTION DE DISLOCATIONS FRAICHES ACCIDENTELLES AUX POINTS DE COLLAGE DES MONOCRISTAUX.

Nos monocristaux sont fixés par collage à l'araldite à des rondelles support d'acier inoxydable ; un étrier destiné à l'application de la force de traction est collé à leur extrémité libre. Des dislocations fraîches accidentelles ont été introduites dans les monocristaux G_3 et 2G17 β près de leur extrémité collée au support ; un tel effet n'est jamais observé à l'extrémité libre des cristaux. L'application d'une force perpendiculaire au plan des faces, au voisinage de l'extrémité libre des éprouvettes a pour conséquence un moment de flexion maximal au point fixe des cristaux. Cet effet explique la localisation des dislocations fraîches accidentelles. Dans le monocristal 2G17 β les dislocations fraîches observées appartiennent au système primaire de glissement. Les directions des contraintes dues au moment de flexion envisagé sont identiques à celles dues à la traction pure, ce qui justifie l'observation du système primaire de glissement. Les dislocations fraîches introduites dans G_3 appartiennent à 3 systèmes de glissement différents, le système primaire n'étant pas observé. Nous pouvons admettre que ce cristal s'est trouvé soumis accidentellement à un système de contrainte plus complexe que celui envisagé ci-dessus du fait de son mode de fixation. En effet, ce cristal est collé par une face sur le support et son extrémité enrobée dans l'araldite.

4.3.2 - DEVELOPPEMENT DES DISLOCATIONS ACCIDENTELLES PAR TRACTION.

Parmi les dislocations fraîches créées par accident dans le monocristal G_3 , celles qui ont le facteur de Schmid le plus élevé appartiennent au système secondaire de glissement. Elles se

développent et se multiplient à partir des régions où elles préexistaient dès l'application d'une cisssion résolue de $4,25 \text{ g/mm}^2$. Le système primaire de glissement n'est pas activé dans ce cristal, bien que la cisssion résolue maximale sur ce système atteigne $6,8 \text{ g/mm}^2$.

Dans le monocristal 2G17 β , les dislocations fraîches accidentelles appartiennent au système primario. Elles se mettent en mouvement sous une cisssion résolue égale à $5,43 \text{ g/mm}^2$. On note que certaines dislocations fraîches voisines d'une face du cristal disparaissent ou diminuent leur longueur au cours de la traction. Pendant la déformation accidentelle par flexion, les régions du monocristal voisines de cette face se trouvaient vraisemblablement sous compression. Les dislocations fraîches apparues dans ces conditions peuvent être éliminées sous des contraintes de signe opposé.

La multiplication des dislocations accidentelles de 2G17 β intervient pour une cisssion résolue égale ou supérieure à $6,33 \text{ g/mm}^2$. La multiplication observée peut être attribuée à un mécanisme de glissement dévié multiple.

4.3.3 - EFFET DU POLISSAGE ELECTROLYTIQUE SUR LES DISLOCATIONS ACCIDENTELLES.

Après polissage électrolytique du cristal 2G17 β , la longueur des dislocations accidentelles diminue de $500 \mu\text{m}$ environ. La dissolution d'une épaisseur de métal égale à $10 \mu\text{m}$ pour chaque face n'explique pas, seule, cet effet. Il est probable que l'élimination de points d'ancrage près de la surface initiale permet une relaxation partielle des dislocations fraîches.

4.4 - CONTRIBUTION A LA DEFORMATION DES DISLOCATIONS FRAICHES

APPARUES AU COURS DE LA TRACTION.

La déformation plastique de l'échantillon 2G7 α est due essentiellement à l'apparition et la croissance de sources de dislocations que nous n'avons pas pu relier à des configurations préexistantes résolues par topographie aux rayons X. Au cours de ce chapitre, nous envisageons les mécanismes qui peuvent expliquer la localisation et l'origine de ces sources ainsi que leur développement.

4.4.1 - SYSTEMES DE GLISSEMENT ACTIVES.

Les premières sources de dislocations apparaissent simultanément sur le système primaire et le système conjugué. En tenant compte des facteurs de Schmid, les cissions critiques de formation des sources de dislocations sont égales à $6,15 \pm 0,40 \text{ g/mm}^2$ pour le système primaire et $5,12 \pm 0,30$ pour le système conjugué. Les vecteurs de Burgers des deux types de dislocations sont peu inclinés sur les faces de l'éprouvette. Le plan de glissement primaire est normal aux faces alors que le plan de glissement conjugué se trouve incliné de 44° sur les faces de l'éprouvette. La différence entre les cissions critiques d'apparition des dislocations fraîches pour les deux systèmes de glissement pourrait s'expliquer par des considérations sur les positions relatives des plans de glissement par rapport à la surface.

4.4.2 - LOCALISATION DES SOURCES DE DISLOCATIONS.

L'ensemble des dislocations fraîches observées dans 2G7X apparaît près d'une même face du monocristal avec une répartition homogène d'une extrémité à l'autre de l'éprouvette. Nous allons examiner d'une part les conditions d'application de la force à l'éprouvette qui tendent à favoriser la multiplication des dislocations près d'une face par rapport à l'autre, d'autre part les raisons éventuelles d'une dissymétrie des faces du monocristal.

Si les axes du cardan qui maintient le support du cristal au cours de la traction ne sont pas concourants avec l'axe du cristal, il apparaît pendant l'application de la force un moment de flexion parasite variable le long du cristal et maximum à son point fixe. La contrainte due à ce moment a la même direction que la contrainte de traction. Ses valeurs sont égales et opposées sur les deux faces du cristal pour une même position par rapport à son extrémité libre et nulles dans son plan médian. Elles varient de 0 à l'extrémité libre du cristal jusqu'à un maximum à l'autre extrémité. Elles ont pour effet de diminuer les cisssions au voisinage d'une face et de les augmenter près de l'autre ; les cisssions effectives dépendent de la position par rapport à l'extrémité libre du cristal. Si le moment de flexion parasite est important, la déformation plastique se localisera en premier lieu près de l'extrémité fixe du cristal. Les dislocations fraîches apparaissent dans le cristal avec une répartition homogène le long de son axe. D'autre part, au cours des divers essais de traction, il est peu probable que le cristal ait été placé de façon constamment identique par rapport à son cardan, de sorte qu'une flexion éventuelle aurait pu favoriser successivement les deux faces de l'éprouvette. Ces deux remarques montrent que la localisation des dislocations fraîches n'est pas liée aux conditions d'application de la force.

La dissymétrie de la déformation plastique pourrait s'expliquer par les propriétés du cristal : au cours du recuit de préparation, les lames reposent sur la surface d'un bloc d'aluminium, il est possible que l'oxydation affecte différemment la surface située à l'air libre et celle reposant sur le métal. Nous avons souligné le rôle de la formation de l'oxyde quant à la montée des dislocations du cristal. Il n'est pas exclu que les dislocations originelles aient des configurations fines différentes près des deux faces de l'éprouvette.

4.4.3 - ORIGINE DES SOURCES DE DISLOCATIONS.

Hirth (1963) a calculé les cissions critiques de formation des boucles de dislocations. La valeur la plus faible obtenue pour l'aluminium dans le cas où une marche monoatomique de surface abaisse l'énergie de formation de la boucle est de l'ordre de $\frac{\mu}{20}$ soit $2,7 \cdot 10^6$ g/mm². Cette valeur excède de très loin le résultat obtenu au cours de cette étude.

Nous avons préparé les surfaces du monocristal 2G7X où apparaissent des sources de dislocations par une attaque chimique dans le réactif indiqué au paragraphe 2.1.2. Les surfaces de monocristaux attaqués dans ce réactif, ou polis par électrolyse, ont été examinés au microscope électronique à balayage (Cambridge-Eil). Le cliché a) de la figure 15 représente la surface d'un monocristal attaqué pendant 2 minutes : des marches de hauteur comprise entre 1 et 10 μ m apparaissent à la surface. Le cliché b) de la figure 15 révèle la régularité de la surface d'un cristal poli par électrolyse. Friedel (1961) note que la présence de marches de hauteur D et de rayon de raccordement R entraîne une concentration locale de contrainte : si σ est la contrainte appliquée, la contrainte locale est de l'ordre de $\sigma \left(\frac{D}{R}\right)^{1/2}$. Nous avons calculé la valeur de R pour que la contrainte locale soit de l'ordre de $\frac{\mu}{20}$ lorsque la contrainte appliquée est égale à 10 g/mm². La valeur de R obtenue, très inférieure aux dimensions interatomiques, rend peu vraisemblable la formation de boucles par effet d'indentation

dans nos monocristaux.

Orlov (1968) propose un mécanisme de source de dislocations à partir de marches monoatomiques de surface. Cet auteur ne précise pas dans quel domaine de contraintes ce mécanisme pourrait intervenir.

Les considérations précédentes excluent pratiquement l'hypothèse selon laquelle des boucles pourraient être créées à la surface de nos monocristaux. Il est probable qu'il existe dans les cristaux des configurations de boucles trop petites pour être mises en évidence par topographie aux rayons X. On peut estimer à 1μ m le diamètre minimal des boucles qui apparaissent sur les topogrammes. Ces configurations peuvent comprendre des boucles ouvertes avec points d'émergence à la surface. Il faut admettre que ces demi-boucles sont retenues par des crans pour que la force-image n'entraîne pas leur élimination à la surface. Les émergences de ces dislocations n'étant retenues que par des obstacles de faible résistance, elles pourraient être à l'origine des sources de dislocations observées.

4.4.4 - FORME DES DISLOCATIONS FRAÎCHES AU COURS DE LEUR DEVELOPPEMENT.

Après leur apparition, les dislocations fraîches du système conjugué ont, dans le monocristal 2G7 α une forme semi-circulaire, leurs deux émergences étant situées sur la même face du monocristal. Sous les cisssions les plus faibles où ces boucles sont observées, les émergences agissent comme points d'ancrage. Le rayon de courbure, constant le long de la ligne, est égal à 150μ m pour une cisssion résolue de $6,52 \text{ g/mm}^2$. Si nous supposons que la dislocation est en équilibre entre sa tension de ligne et la force due au champ de contrainte, la relation entre la cisssion τ sur son plan de glissement et son rayon de courbure R s'écrit : $\tau = \frac{\mu b}{R}$ où μ est le module de cisaillement et b le

vecteur de Burgers. Lorsque R est égal à $150 \mu\text{m}$, le calcul de τ donne $5,15 \text{ g/mm}^2$, cette valeur est en accord avec le résultat expérimental.

Pour des cisssions croissantes, les parties vis des dislocations se déplacent peu vers l'intérieur du cristal, alors que les parties coin se déplacent simultanément aux émergences ; les dislocations appartenant aux systèmes primaire et conjugué prennent une forme allongée, le mouvement des parties coin créant une longue dislocation vis. Nous avons observé que les dislocations fraîches croissent de façon discontinue avec la contrainte ; elles peuvent être retenues, dans un intervalle de contrainte, par un obstacle du monocristal. D'autre part, après relaxation de la force, les obstacles retiennent les dislocations dans la configuration où elles étaient parvenues sous contrainte.

Les obstacles invoqués ne sont pas mis en évidence par topographie aux rayons X ou bien apparaissent sur les topogrammes comme des points noirs. Il s'agit probablement de boucles non résolues. A l'intersection avec ces boucles, les dislocations fraîches se chargent de crans. Ces crans doivent se déplacer par montée, donc par émission ou absorption de lacunes sur les dislocation vis. Les crans des dislocations coin sont glissiles. L'action des boucles de petit diamètre comme obstacles explique la croissance discontinue des dislocations et la différence de mobilité entre les parties coin et vis des dislocations.

Gorman, Wood et Vreeland (1968) ont déterminé les vitesses des dislocations en fonction de la température dans l'aluminium pour des cisssions résolues comprises entre 5 et 160 g/mm^2 . Le mode de déformation statique utilisé dans la présente étude interdit la détermination des vitesses de dislocations. Leur mesure par l'application d'impulsions de contraintes serait illusoire pour le domaine de contraintes envisagé dans la présente étude, les obstacles jouant un rôle prépondérant.

Recherches	Dislocations originelles		Dislocations fraîches		Sources de dislocations fraîches : activation.
	Éléments proches de la surface	Dislocations en volume	mouvement	multiplication	
G ₃	$\leq 4,25 \text{ g/mm}^2$ secondaire et primaire	$> 6,80 \text{ g/mm}^2$ Primaire	$< 4,25 \text{ g/mm}^2$ Secondaire	$\sim 4,25 \text{ g/mm}^2$ Secondaire	$> 6,80 \text{ g/mm}^2$ Primaire
2G7 α	$\leq 4,12 \text{ g/mm}^2$ secondaire et primaire	$> 11 \text{ g/mm}^2$ secondaire et primaire	---	---	$\begin{matrix} + & - \\ 5,15 & 0,40 \text{ g/mm}^2 \text{ Prim.} \\ 5,12 & 0,30 \text{ g/mm}^2 \text{ Conj.} \end{matrix}$
2G17 α	$\leq 5,05 \text{ g/mm}^2$ Secondaire et primaire	$> 19,2 \text{ g/mm}^2$ secondaire et primaire	$< 5,43 \text{ g/mm}^2$ Primaire	$5,43 < 6,33 \text{ g/mm}^2$ Primaire	

TABLEAU V

4.5 - VALEURS DES CONTRAINTES CRITIQUES

Le tableau 5 indique les cisssions critiques pour le mouvement, l'apparition et la multiplication des dislocations dans nos monocristaux. Les dislocations originelles proches des faces se déplacent sous des cisssions résolues inférieures à $4,12 \text{ g/mm}^2$; les dislocations originelles en volume ne sont pas mobiles jusqu'à des cisssions supérieures à $19,2 \text{ g/mm}^2$. L'activation des sources de dislocations fraîches est observée pour une cisssion résolue minimale de $5,12 \text{ g/mm}^2$; cette cisssion critique dépend de la position du plan de glissement par rapport aux faces. Le mouvement et la multiplication des dislocations fraîches introduites par accident sont observés pour des cisssions résolues aussi faibles que $4,25 \text{ g/mm}^2$; la multiplication de ces dislocations est considérable sans que des sources de dislocations appartenant à d'autres systèmes de glissement soient activées.

C O N C L U S I O N

--:-:-:-:-:-:-:-:-:-:-

Les configurations de dislocations observées par topographie aux rayons X dans des monocristaux d'aluminium très purs préparés par déformation et recuit à l'air présentent deux caractéristiques essentielles : d'une part la densité des lignes (10^3 cm^{-2}) et d'autre part l'allure générale des lignes (boucles, hélices et lignes courbes) montrent l'existence d'une sursaturation de lacunes au cours du refroidissement. Il est probable que cette sursaturation résulte du fait que les puits de lacunes sont peu nombreux compte-tenu de la faible densité des dislocations et de l'épaisseur de l'échantillon. Il est également fort probable que des configurations plus fines que l'on pense être des boucles de dislocations parfaites de diamètre inférieur à un micron n'ont pas été mises en évidence par topographie aux rayons X.

Dans les cristaux polis chimiquement et ne contenant pas de dislocations fraîches accidentelles, les dislocations qui donnent lieu à la déformation plastique ($5,7 \cdot 10^{-7}$) superposée à la déformation élastique ($0,3,4 \cdot 10^{-6}$) ont les caractéristiques suivantes :

1) les dislocations originelles restent immobiles jusqu'à la limite supérieure des cisssions utilisées (20 g/mm^2) sauf certains segments placés au voisinage des faces qui se déplacent à partir d'une cisssion inférieure à 4 g/mm^2 . On attribue cette possibilité de mouvement à une densité de crans plus faible le long de ces segments.

2) des dislocations fraîches apparaissent dans le cas du cristal rapporté dans ce travail sur deux systèmes de glissement, à partir d'une cisssion de 6 g/mm^2 sur le système primaire et à partir d'une cisssion de 5 g/mm^2 sur le système conjugué. Les deux directions de glissement sont respectivement à 16° et 13° du plan des faces et les plans de glissement à 83° et 40° .

3) les dislocations fraîches apparaissent au voisinage immédiat de la surface et sur une seule face ; cette dissymétrie des faces de l'échantillon a été attribuée au mode de préparation du cristal. On pense que les dislocations fraîches se développent à partir de petites demi-boucles de dislocations originelles, de diamètre inférieur ou égal à un micron émergeant sur une face et stabilisées par des crans.

4) les déplacements des portions coins sont nettement supérieurs à ceux des portions vis ; les dislocations prennent alors la forme de demi-boucles allongées parallèlement aux faces. Cette observation montre que les dislocations ont une densité appréciable de crans.

5) quand la contrainte augmente, le développement des dislocations n'est pas continu, le passage de certains obstacles nécessite un accroissement sensible de la contrainte. Ces obstacles, non observés par topographie aux rayons X, sont probablement de petites boucles de dislocations parfaites. Chaque intersection avec les dislocations fraîches produit des crans.

6) quand la contrainte est relâchée, les demi-boucles de dislocations fraîches gardent leurs dimensions ; cette observation confirme la forte densité de crans le long des lignes.

Dans les cristaux contenant des dislocations fraîches accidentelles introduites au cours de la manipulation au cours du collage, la microdéformation plastique est assurée par celles de ces dislocations pour lesquelles le facteur de Schmid est le plus élevé. Les dislocations fraîches du type précédent n'apparaissent qu'en très petit nombre.

La microdéformation plastique des cristaux d'aluminium à faible densité de dislocations n'est pas contrôlée par la taille du réseau de Frank, lequel est inexistant mais plutôt par la possibilité de développement de petites demi-boucles originelles à la surface du cristal.

B I B L I O G R A P H I E

- S. AMELINCKX et W. BONTINCK - 1957, Acta Met., 5, 345
- A. AUDEHLER, C.B. ROGERS et A.R. LANG - 1965, Phil. Mag., 12, 547
- B.K. BASU et C. ELBAUM - 1964, Phil. Mag., 9, 533
- R. BERNER - 1960, Z. Naturforsch., 15a, 689
- W. BONTINCK - 1957, Phil. Mag., 2, 561
- L.M. CLARKEBROUGH, D. MITCHELL, A.P. SMITH - 1967, Phys. Stat. Sol. 21, 369
- P.S. DOBSON, P.J. GOODHEW et R.E. SMALLMAN - 1967, Phil. Mag., 16, 9
- P.E. DOHERTY et R.S. DAVIS - 1966, J. Appl. Phys., 34, 619
- H.A. FRANCIS - 1967, J. Appl. Phys., 38, 715
- M. FREMIOT, B. BAUDELET et G. CHAMPIER - J. of Cryst. Growth (à paraître)
- M. FREMIOT, G. CHAMPIER - 1967, C.R.A.S., t 265, 1331
- J. FRIEDEL - 1961, Electron Microscopy and strength of crystal (Interscience Pub.) p. 605-649
- J.A. GORMAN, D.S. WOOD et T. VREELAND - Rapport C.A.L.T. 473-29
- J.E. HARRIS, B.C. MASTERS - 1966, Phil. Mag., 13, 963
- J.P. HIRTH - 1963, The relation between the structure and mechanical properties of metals (National Physical Laboratory : Symposium n° 15, V. 1)
- S. HOWE et C. ELBAUM - 1961, Phil. Mag., 6, 1227
- S. HOWE, B. LIEBMANN et K. LUCKE - 1961, Acta Met., 9, 625
- D.A. JONES et J.W. MITCHELL - 1958, Phil. Mag., 3, 1
- M.B. KASEN, R. TAGGART et D.H. POLONIS - 1966, Phil. Mag., 13, 453
- S. KRITZINGER, P.S. DOBSON et R.E. SMALLMAN - 1967, Phil. Mag., 16, 217
- A.R. LANG - 1957, Acta Met., 5, 358
- A.R. LANG - 1958, J. Appl. Phys., 29, 597
- A.R. LANG - 1959, Acta Cryst., 12, 249
- A.R. LANG - 1963, Brit. J. Appl. Phys., 14, 904
- A.R. LANG et G. MEYRICK - 1959, Phil. Mag., 4, 878
- J.D. LIVINGSTONE - 1962, Direct observation of imperfections in crystals.
- A. MERLINI, F.W. YOUNG Jr - 1967, J. Phys., 27, 219
- G. MEYRICK - 1959, Thèse (Université de Bristol)

- F. MONTARIOL - 1955, Thèse
- F. MONTARIOL - 1959, Nouvelles propriétés physiques et chimiques des métaux de très haute pureté (Colloque C.N.R.S.)
- T.S. NOGGLE et J.S. KOEHLER - 1956, J. Appl. Phys., 28, 53
- B. NØST - 1965, Phil. Mag., 11, 183
- B. NØST, G. SØRENSEN - 1966 a) Phil. Mag., 13, 1075
- E. NES et B. NØST - 1966 b) Phil. Mag., 13, 855
- B. NØST, G. SØRENSEN, E. NES - 1967 a) Crystal growth (Supp. to the Journal of Physics and Chemistry of Solids : Boston 1966)
- B. NØST, G. SØRENSEN, E. NES - 1967 b) Journal of crystal growth 1, 149
- O. LOHNE, B. NØST - 1967 c) Phil. Mag., 16, 341
- L.G. ORLOV - 1968, Soviet Phys. Sol. St., 9, 1836
- A.S. PARASNIS, J.W. MITCHELL - 1959, Phil. Mag., 4, 171
- P. PETROFF, J. WASHBURN - 1966, J. Appl. Phys., 37, 4987
- F.W. YOUNG Jr - 1961 a) J. Appl. Phys., 32, 192
- F.W. YOUNG Jr. - 1961 b) J. Appl. Phys., 32, 1815
- F.W. YOUNG Jr. - 1962, J. Appl. Phys., 33, 3553
- F.W. YOUNG Jr, F.A. SHERRILL, M.C. WITTELS - 1965, J. Appl. Phys., 36, 2225
- F.W. YOUNG Jr, T.O. BALDWIN, A.F. MERLINI, F.A. SHERRILL - 1966, Advances in X ray Analysis, V. 9 (Plenum Press, New York)
- F.W. YOUNG Jr, F.A. SHERRILL, 1967 a) Canad. J. of Phys., 45, 757
- F.W. YOUNG Jr, F.A. SHERRILL - 1967 b) Bull. Am. Phys. Soc., 12, n° 7



Figure 1: Orientation des normales aux faces
des lames monocristallines

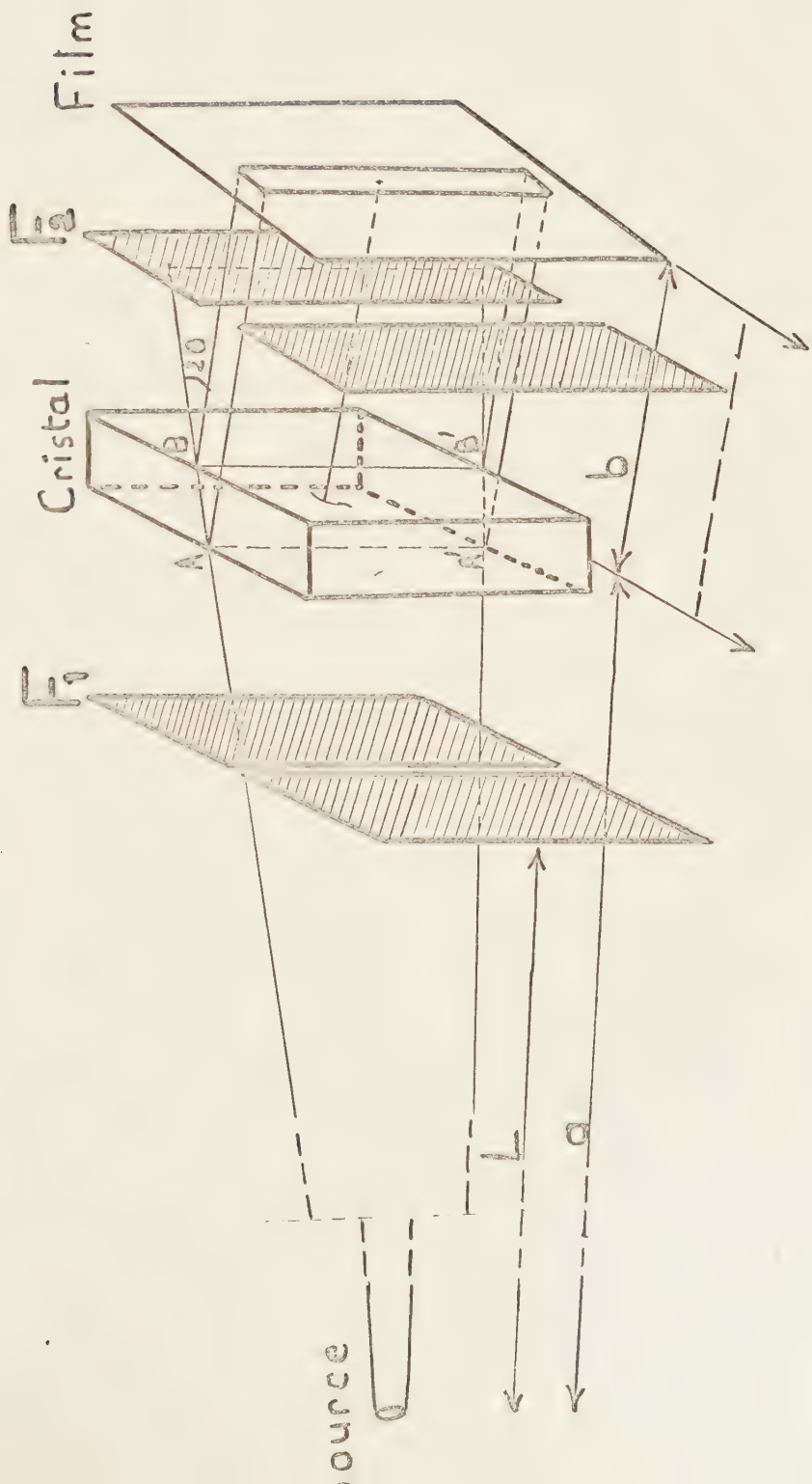


figure2 : Principe de la méthode de Lang

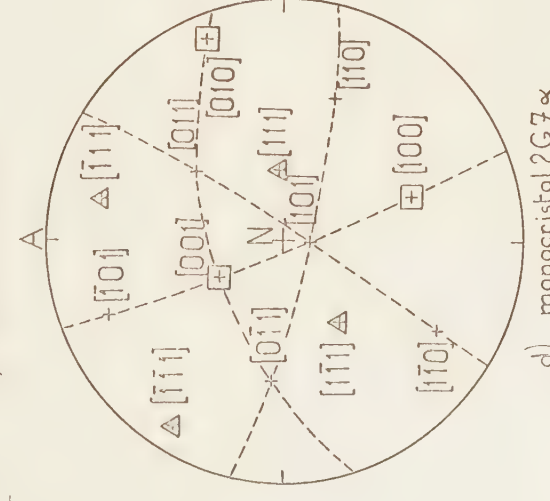
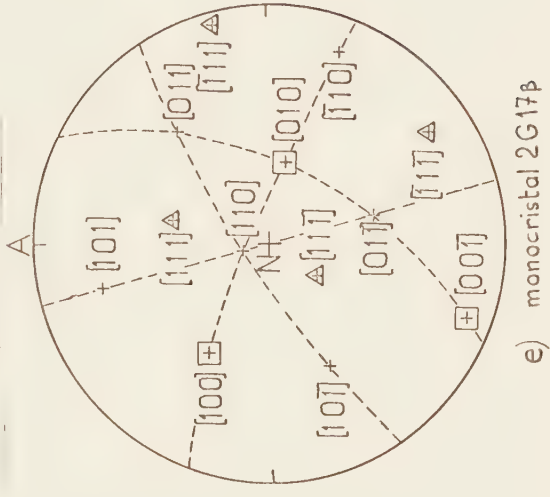
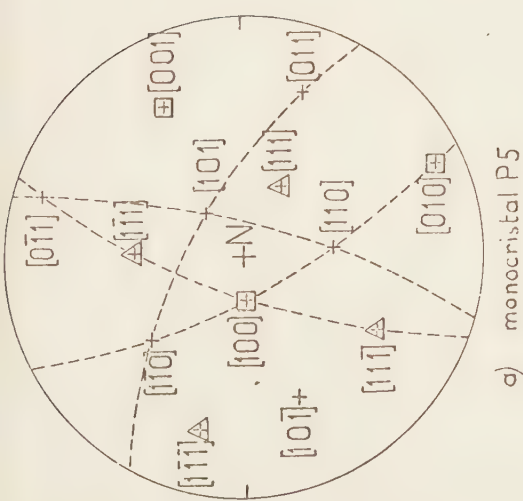
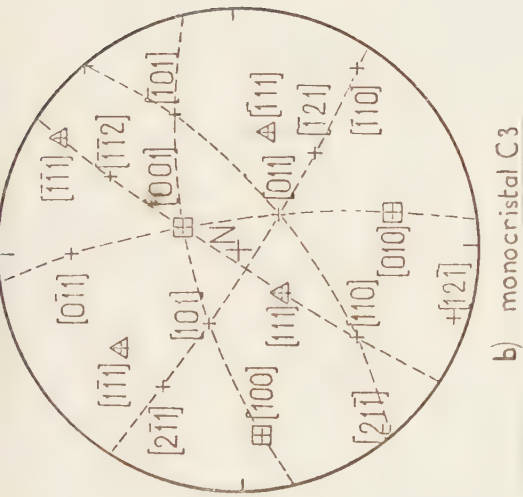
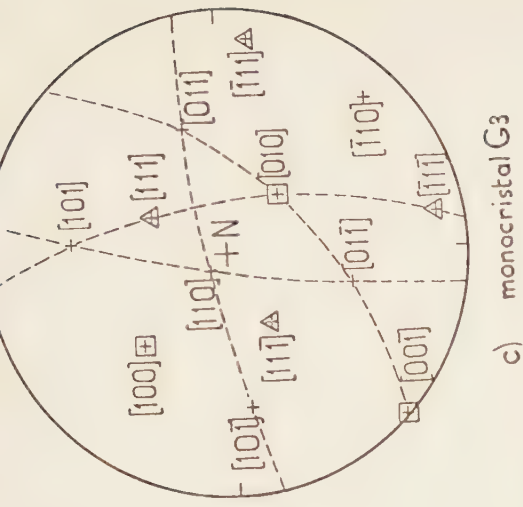


Figure 3: Projections stéréographiques des directions des monocristaux étudiés

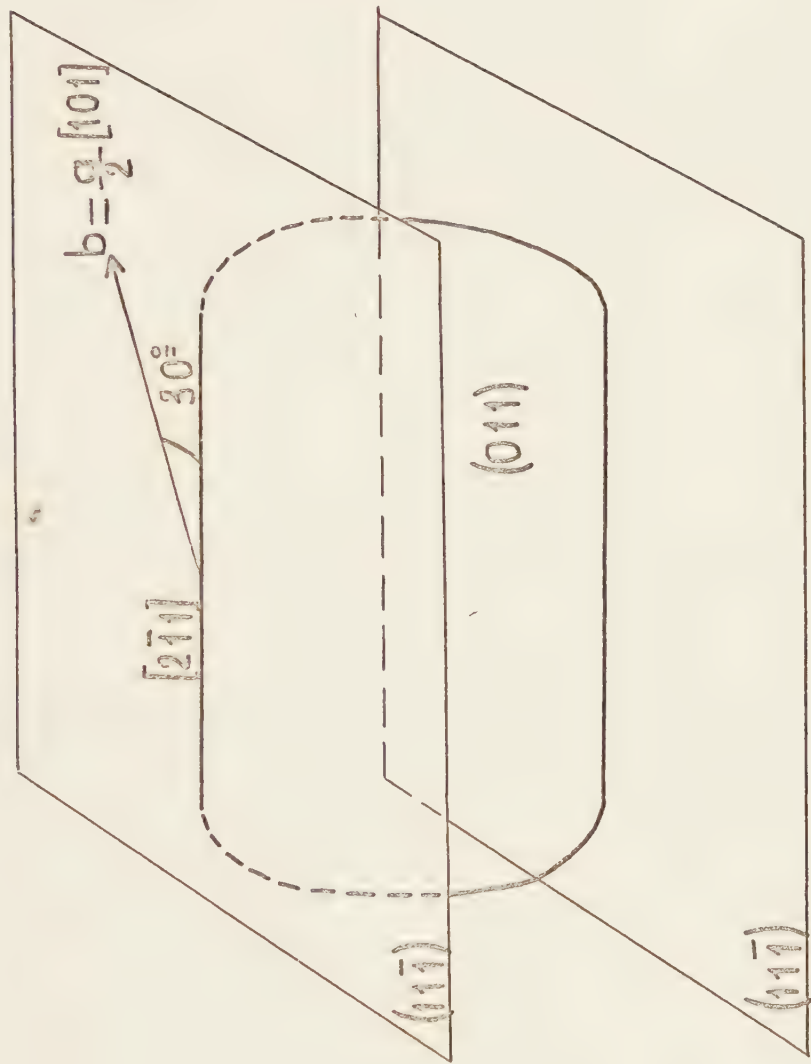
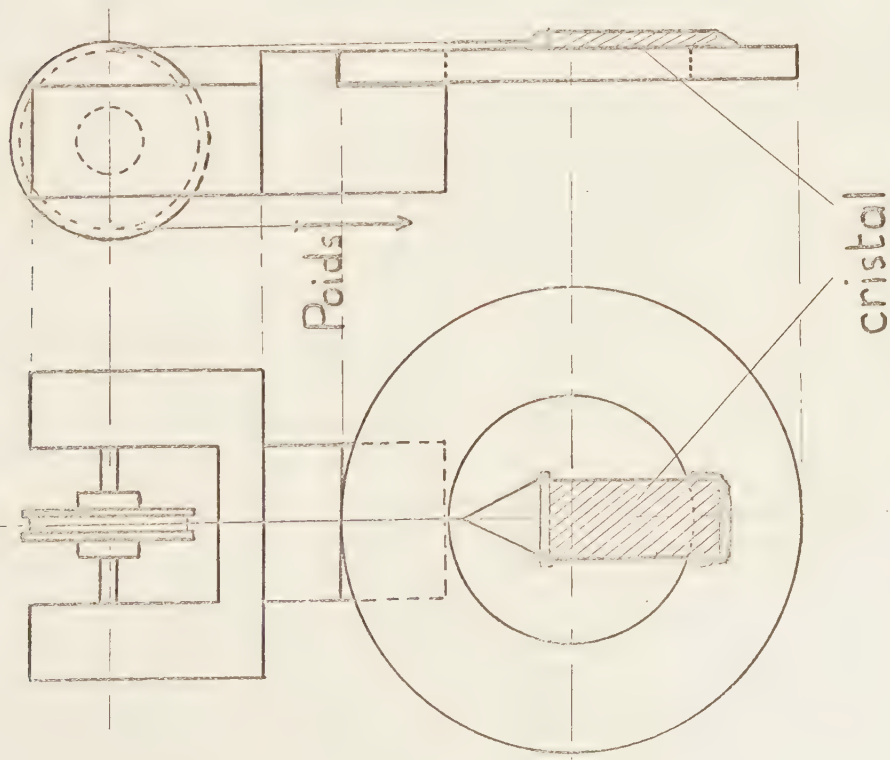
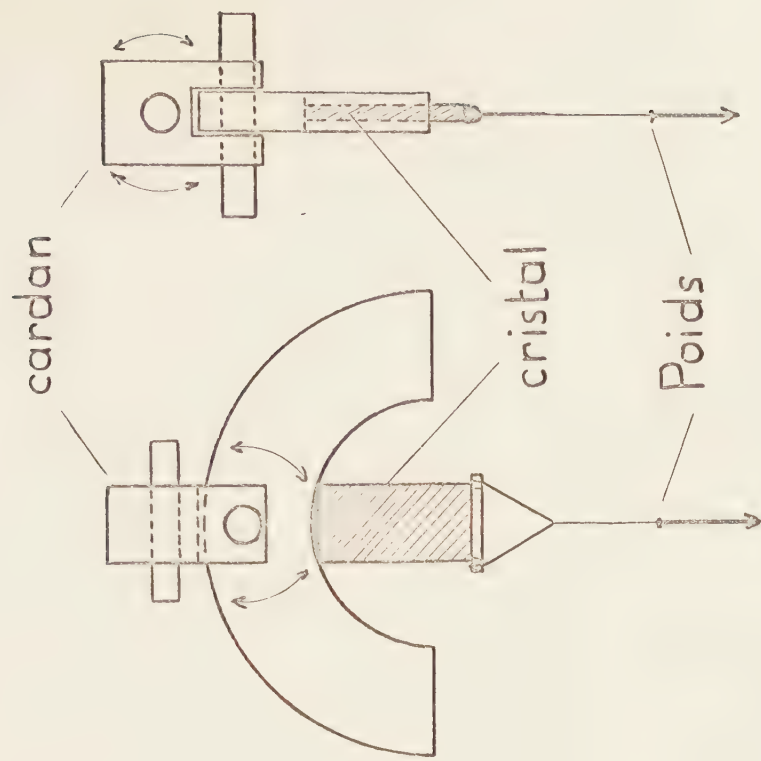


Figure 4: configuration des boucles de grand diamètre dans C_3



5 a)



5 b)

Figure 5 : a) dispositif de traction à fixation rigide du cristal
b) dispositif de traction à fixation libre du cristal

Direction
de traction

face d'entrée
des rayons X

—
face de sortie
des rayons X

90° 60° 0° échelle angulaire

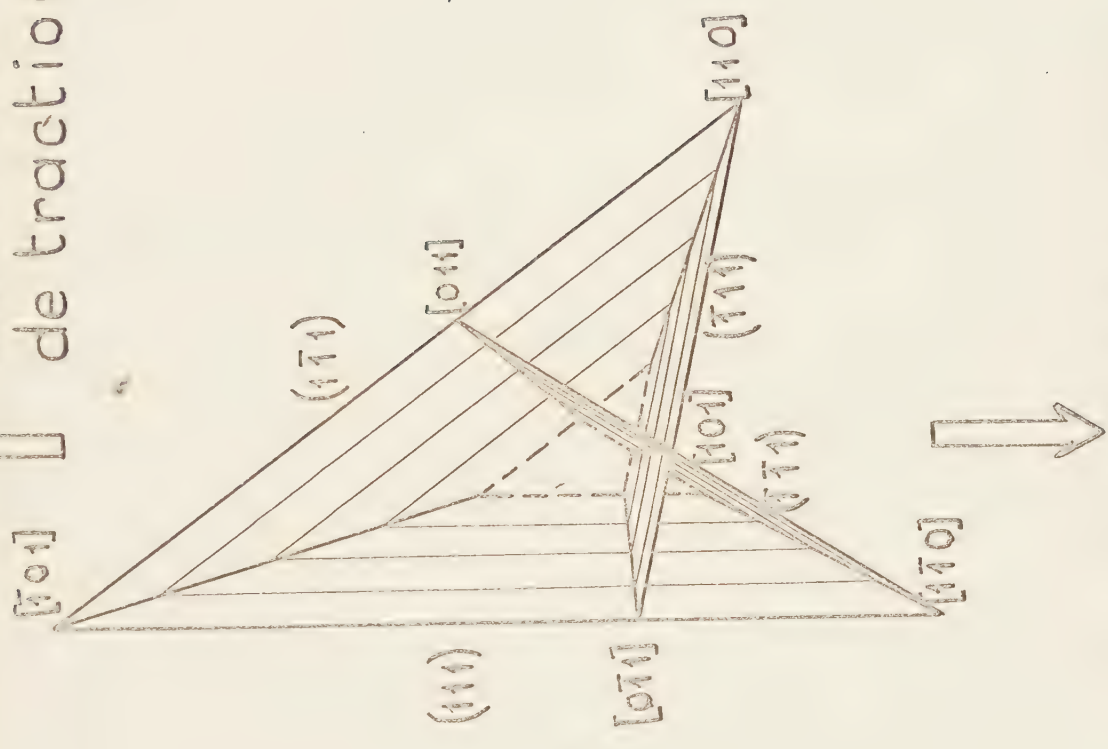


Figure 6 : Projections des plans et directions
de glissement du monocristal $2G7\alpha$

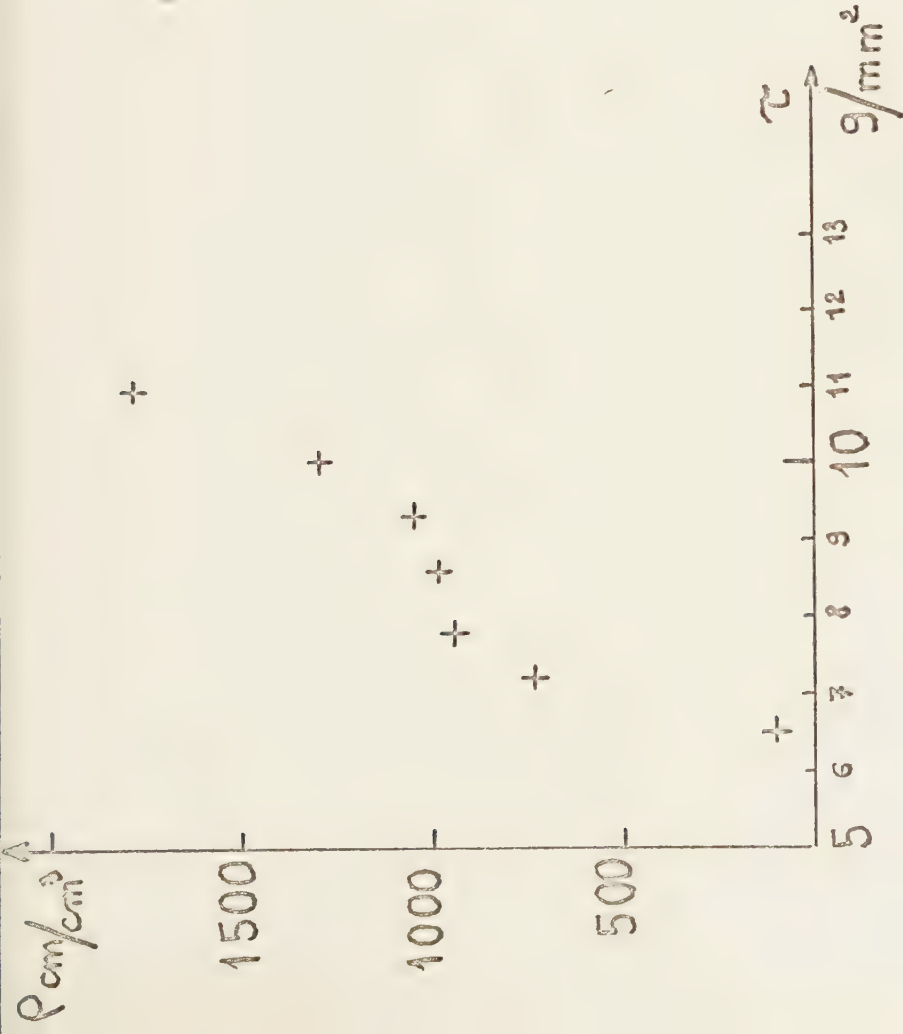


Figure 7

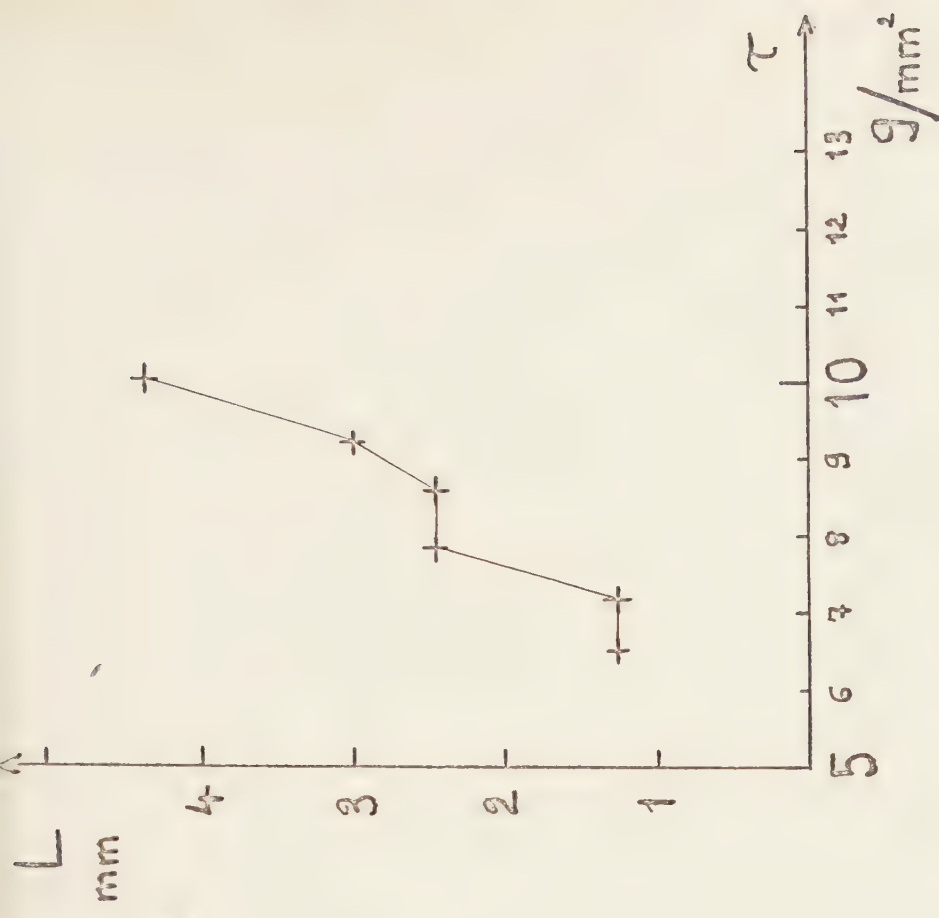


Figure 8

Figures 7 et 8: densité des dislocations fraîches primaires et variation de leur longueur avec la cission résolue

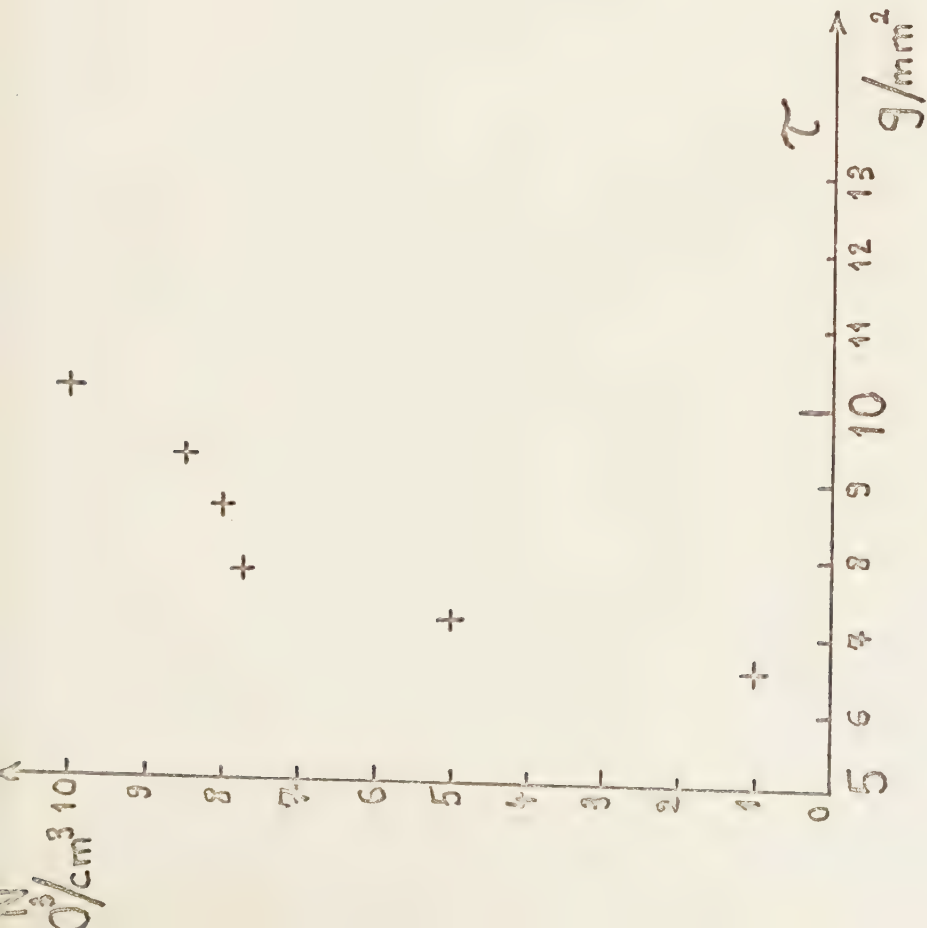


figure 9

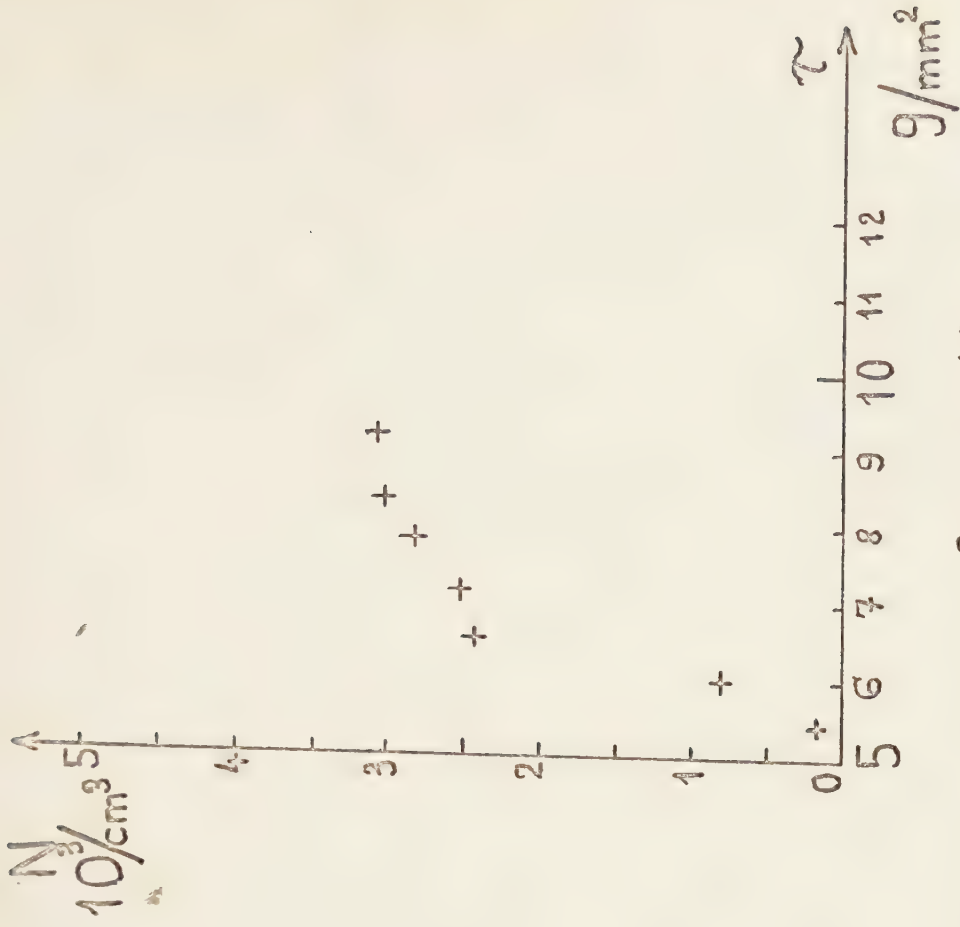


figure 10

figures 9 et 10: Variation du nombre des sources primaires et conjuguées avec les cissions résolues

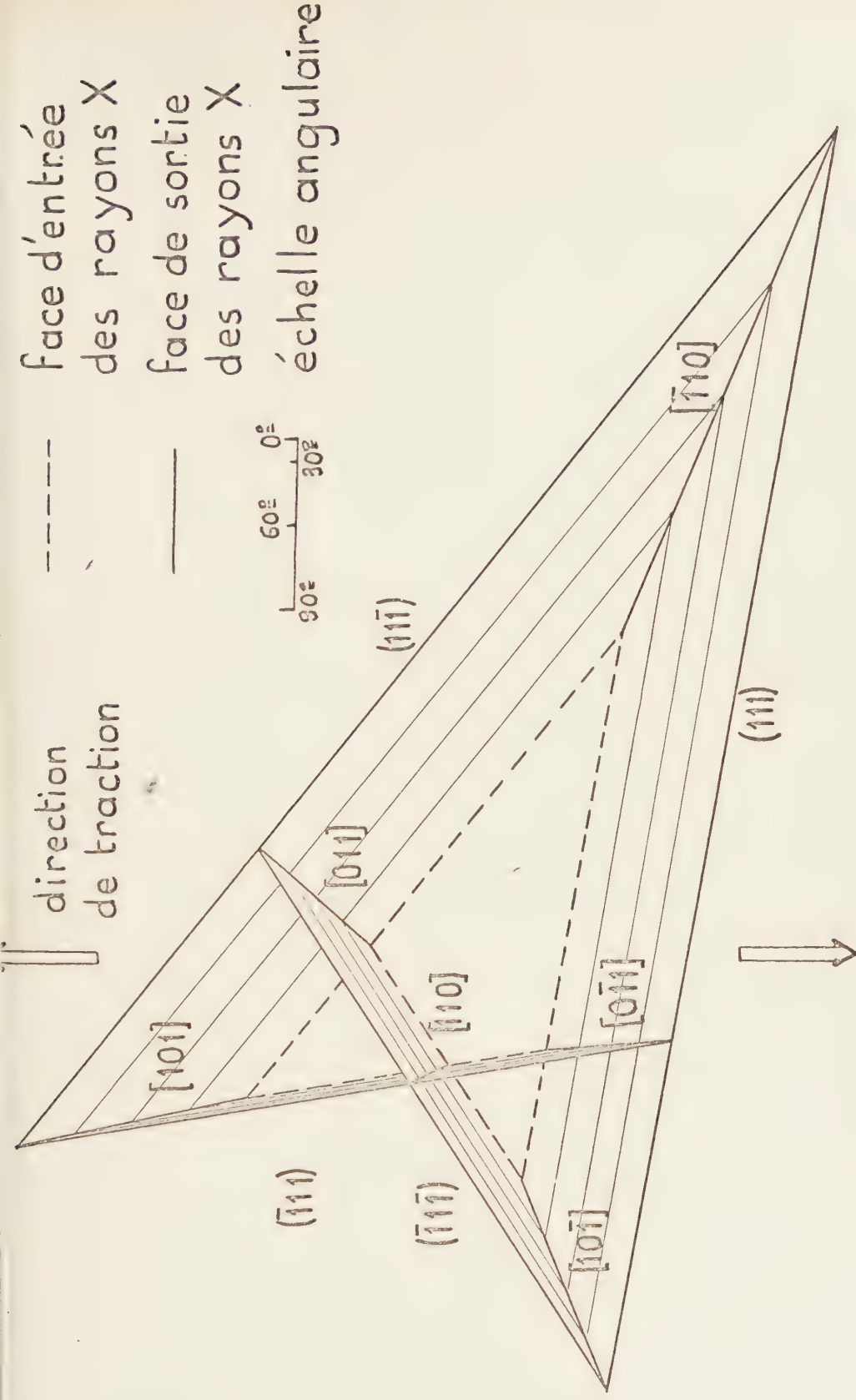


Figure11: Projections des plans et directions
de glissement du monocristal 2G17β

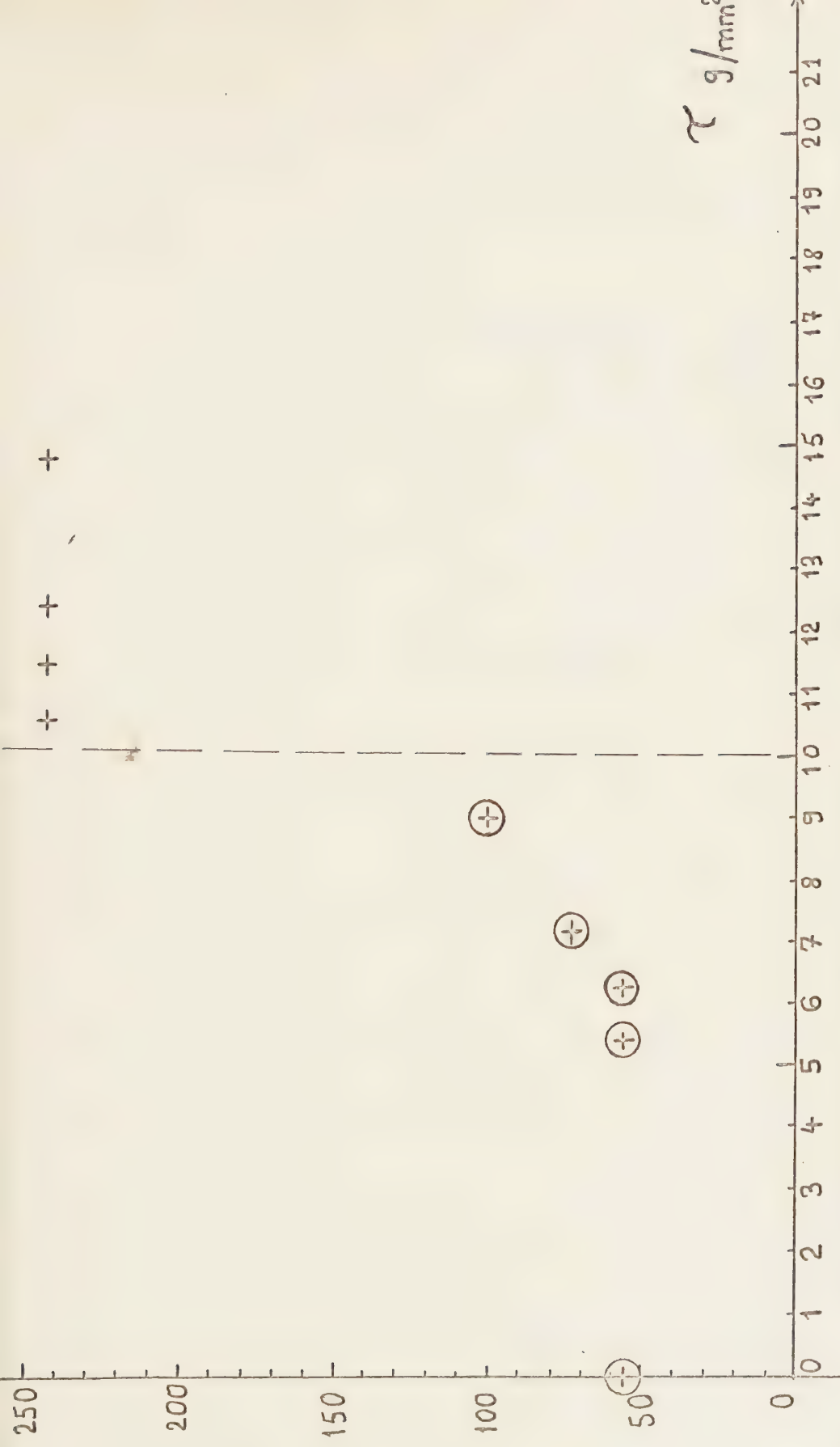


Figure 12: Densité de dislocations fraîches primaires
du monocristal 2G17 β

LEGENDE DES PLANCHES

- Planche 1 - Topogrammes de section
a) Monocristal de métal brut.
b) Monocristal de métal purifié.
- Planche 2 - Contraste des images de dislocations des topogrammes de projection.
- Planche 3 - Configurations de dislocations observées dans le cristal P_5
- Planche 4 - a) Configurations de dislocations du monocristal C_3 recuit à l'air.
b) Boucles de grand diamètre dans le monocristal C_3 .
- Planche 5 - a et b) Elimination des imperfections superficielles à la suite de l'attaque chimique.
- Planche 6 - Arrangements de dislocations autour de zones de contraste intense.
- Planche 7 - Dislocations fraîches accidentelles observées dans le monocristal G_3 .
- Planche 8 - Evolution des configurations de dislocations dans le monocristal $2G7\alpha$ au cours de la déformation.
- Planche 9 - Mouvement de dislocations originelles dans le monocristal $2G7\alpha$.
- Planche 10 - Source de dislocation fraîche primaire dans le monocristal $2G7\alpha$.
- Planche 11 - Sources de dislocations fraîches conjuguées dans le monocristal $2G7\alpha$.
- Planche 12 - Interactions de dislocations fraîches dans le monocristal $2G7\alpha$.
- Planche 13 - Mouvement des dislocations fraîches accidentelles dans le monocristal $2G17\beta$.
- Planche 14 - Multiplication des dislocations fraîches accidentelles dans le monocristal $2G17\beta$.
- Planche 15 - Observation au microscope électronique à balayage des surfaces des monocristaux d'aluminium
a) après attaque chimique
b) après polissage électrolytique



Planche 1



Planche 2

1mm



a)

500µm



b)

500µm

Planche 3



a)

Planche 4



b)



a)

Planche 5



b)



$(\bar{1}11)$

Planche 6



$(\bar{1}1\bar{1})$



$(\bar{1}11)$

Planche 7



$(\bar{1}1\bar{1})$



1437



1447



1485

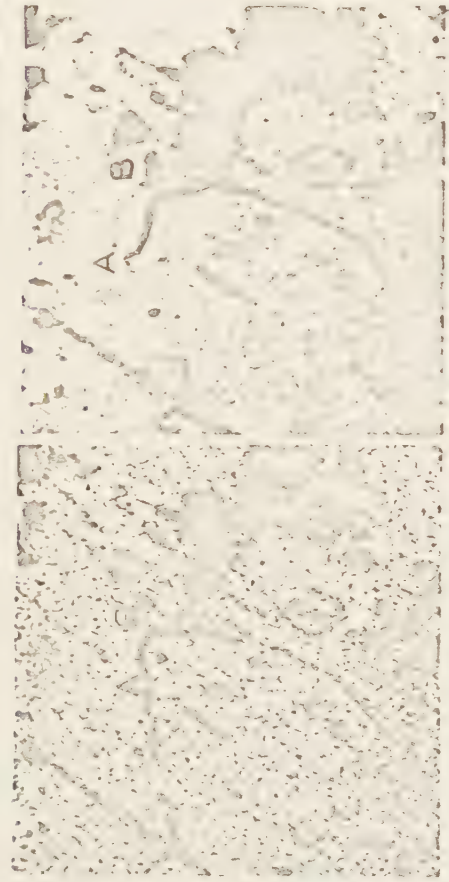


1507



direction
de traction

Planche 8



a) $\underline{500\mu}$ b)



c)

Planche 9



a) $\underline{500\mu}$ b)



c)

Planche 10



a) 1mm b)



c) d)

Planche 11



500μ

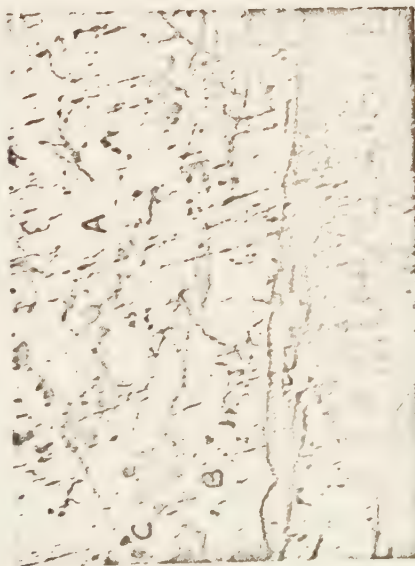
Planche 12

1480



Planche 13

1499

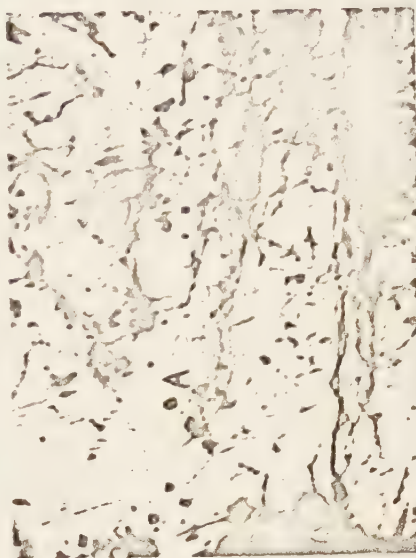


1502



Planche 14

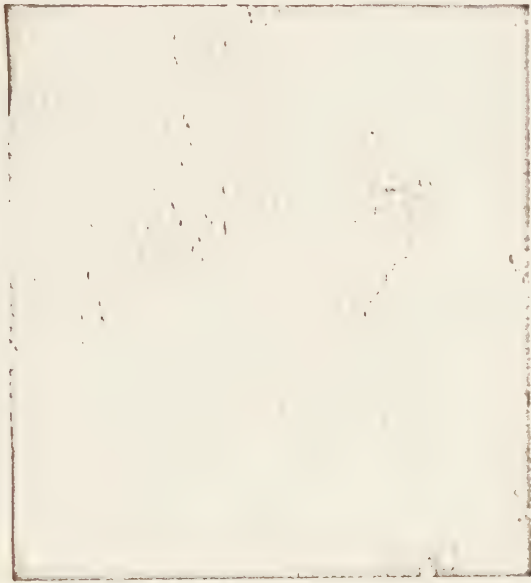
1508





a)

10 μm



b)

Planche 15

DEUXIEME THESE

L'ENERGIE D'INTERACTION SOLUTE-LACUNE DANS LES SOLUTIONS SOLIDES
METALLIQUES.

Vu et Approuvé

Nancy, le Janvier 1969

Le Doyen de la Faculté des Sciences

J. AUBRY



